Original document

PHENYLANTHRACENE DERIVATIVE AND ORGANIC EL ELEMENT

Publication number: JP8012600 Publication date: 1996-01-16

Inventor:

INOUE TETSUJI; NAKATANI KENJI

Applicant:

TDK CORP

Classification:

- international: C07D333/08; C07C15/27; C07C43/20; C07C43/257; C07C211/44; C07C211/54;

C07C211/61; C07C217/78; C07C217/94; C07C321/30; C07D271/10; C09K11/06; H01L51/50; C07D333/00; C07C15/00; C07C43/00; C07C211/00; C07C217/00;

C07C321/00; C07D271/00; C09K11/06; H01L51/50; (IPC1-7): C07C15/27; C07C43/20;

C07C43/257; C07C211/44; C07C211/54; C07C211/61; C07C217/78; C07C217/94;

C07C321/30; C07D271/10; C07D333/08; C09K11/06

- european:

Application number: JP19950125753 19950426

Priority number(s): JP19950125753 19950426; JP19940110569 19940426

View INPADOC patent family

Report a data error here

Abstract of **JP8012600**

PURPOSE: To provide the subject new phenylanthracene derivative having a specified structure, exhibiting a low crystallinity, capable of forming a thin film having a stable amorphous state and useful for, e.g. a light-emitting layer of an organic EL device capable of stably emitting highbrightness blue light. CONSTITUTION: This is a new phenylanthracene derivative having a structure of the formula, A1LA2 (A1 and A2 are each monophenylanthryl or diphenylanthryl; L is a single bond or a divalent bonding group), represented by formula I (R1 and R2 are each an alkyl, a cyclo-alkyl, an aryl, an alkenyl, an alkoxy, an aryloxy, amino or a heterocyclic group; r1 and r2 are each 0 or 1 to 5; L1 is single bond, an arylene, etc.) or formula II (R3 and R4 are each same as R1; r3 and r4 are each 0 or 1 to 5; L2 is same as L1) and useful for, e.g. a light-emitting layer for emitting blue light in an organic EL device. This compound is synthesized by coupling 2-chloro-9,10diphenylanthracene, etc., in the presence of bis(1,5cyclooctadiene)nickel, 2,2'-bipyridyl, etc.

I

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平8-12600

(43)公開日 平成8年(1996)1月16日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	FI		技術表示箇所
C 0 7 C 15/27					
43/20	D	7419-4H			
43/257	Z	7419-4H			
	D	7419-4H			
211/44					
		審査請求	未請求 請求	項の数8 FD (全 42 頁)	最終頁に続く
(21)出願番号	特願平7-125753		(71)出願人	000003067	
				ティーディーケイ株式会社	
(22)出願日	平成7年(1995)4月] 26日		東京都中央区日本橋1丁目13	番1号
			(72)発明者	新 井上 鉄 司	
(31)優先権主張番号	特願平6-110569			東京都中央区日本橋一丁目13	番1号 ティ
(32)優先日	平6 (1994) 4 月26日	3		ーディーケイ株式会社内	
(33)優先権主張国	日本 (JP)	•	(72)発明者		
				東京都中央区日本橋一丁目13	番1号 ティ
				ーディーケイ株式会社内	_ , ,
			(74)代理人		
				· 万金五 百万 网	•
			}		

(54) 【発明の名称】 フェニルアントラセン誘導体および有機EL案子

(57)【要約】

【構成】 下記式(I)で表わされるフェニルアントラセン誘導体を、有機EL素子の有機化合物層、特に好ましくは青色発光用の発光層に用いる。

式(I) A₁ -L-A₂

[A₁ 、A₂ ;モノフェニルアントリルまたはジフェニルアントリル。L;単結合またはアリーレン基等の二価の連結基。]

【効果】 本発明の化合物は、結晶性が低く、安定なアモルファス状態の薄膜の形成を可能とする。従って、本発明の化合物を、特に、発光層に用いた場合、高輝度な青色発光が安定して得られ、信頼性に優れた有機EL素子が実現する。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 下記式(I)で表されるフェニルアント ラセン誘導体。

式(I)

$A_1 - L - A_2$

〔式(I)において、A₁ およびA₂ は、各々モノフェ ニルアントリル基またはジフェニルアントリル基を表 し、これらは同一でも異なるものであってもよい。Lは 単結合または二価の連結基を表す。〕

【請求項2】 下記化1または化2で表される請求項1 10 のフェニルアントラセン誘導体。

【化1】

〔化1において、Ri およびR2 は、各々アルキル基、 シクロアルキル基、アリール基、アルケニル基、アルコ 20 キシ基、アリーロキシ基、アミノ基または複素環基を表 し、これらは同一でも異なるものであってもよい。 r 1 および r 2 は、各々、0または1~5の整数を表す。 r 1およびr2が、各々、2以上の整数であるとき、R1 同士およびR2同士は各々同一でも異なるものであって もよく、R1 同士またはR2 同士は結合して環を形成し てもよい。Liは単結合またはアリーレン基を表し、ア リーレン基はアルキレン基、-〇-、-S-または-N R-(ここで、Rはアルキル基またはアリール基を表 す。)が介在するものであってもよい。化2において、 30 セン誘導体を含有する請求項3の有機EL素子。 Rs およびRa は、各々アルキル基、シクロアルキル 基、アリール基、アルケニル基、アルコキシ基、アリー ロキシ基、アミノ基または複素環基を表し、これらは同 一でも異なるものであってもよい。r3およびr4は、 各々、0または1~5の整数を表す。 r 3 および r 4 が、各々、2以上の整数であるとき、R。同士およびR 同士は各々同一でも異なるものであってもよく、R。 同士またはR4 同士は結合して環を形成してもよい。L 2 は単結合またはアリーレン基を表し、アリーレン基は アルキレン基、-O-、-S-または-NR-(ここ 40 起子(エキシトン)を生成させ、このエキシトンが失活 で、Rはアルキル基またはアリール基を表す。)が介在 するものであってもよい。}

【請求項3】 請求項1または2のフェニルアントラセ ン誘導体を含有する少なくとも1層の有機化合物層を有 する有機EL素子。

【請求項4】 前記フェニルアントラセン誘導体を含有 する有機化合物層が発光層である請求項3の有機EL素 子。

【請求項5】 さらに、少なくとも1層の正孔注入層 と、少なくとも1層の正孔翰送層と、少なくとも1層の 50 ① 有機化合物の物理的変化

電子注入輸送層とを有する請求項4の有機EL素子。

【請求項6】 さらに、少なくとも1層の正孔注入層 と、少なくとも1層の正孔輸送層と、少なくとも1層の 電子輸送層と、少なくとも1層の電子注入層とを有する 請求項4の有機EL素子。

前記フェニルアントラセン誘導体を含有 【請求項7】 する有機化合物層が電子注入輸送層であり、さらに発光 層を有する請求項3の有機EL素子。

少なくとも1層の発光層を有し、この発 【請求項8】 光層が電子注入輸送性化合物と正孔注入輸送性化合物と の混合層であって、この混合層が前記フェニルアントラ

【発明の詳細な説明】

[0001]

【産業上の利用分野】本発明は、有機EL(電界発光) 素子に関し、詳しくは、有機化合物からなる積層構造薄 膜に電界を印加して光を放出する素子に関する。

[0002]

【従来の技術】有機EL素子は、蛍光性有機化合物を含 む薄膜を、陰極と陽極とで挟んだ構成を有し、前記薄膜 に電子および正孔を注入して再結合させることにより励 する際の光の放出(蛍光・燐光)を利用して発光する素 子である。

【0003】有機EL素子の特徴は、10V 程度の低電 圧で100~1000cd/m² 程度の高輝度の面発光が 可能であり、また蛍光物質の種類を選択することにより **青色から赤色までの発光が可能なことである。**

【0004】一方、有機EL素子の問題点は、発光寿命 が短く、保存耐久性、信頼性が低いことであり、この原 因としては、

(結晶ドメインの成長などにより界面の不均一化が生 じ、素子の電荷注入能の劣化・短絡・絶縁破壊の原因と なる。特に分子量500以下の低分子化合物を用いると 結晶粒の出現・成長が起こり、膜性が著しく低下する。 また、ITO等の界面が荒れていても、顕著な結晶粒の 出現・成長が起こり、発光効率の低下や、電流のリーク を起こし、発光しなくなる。また、部分的非発光部であ るダークスポットの原因にもなる。)

【0005】② 陰極の酸化・剥離

(電子の注入を容易にするために仕事関数の小さな金属 10 としてNa・Mg・Alなどを用いてきたが、これらの 金属は大気中の水分や酸素と反応したり、有機層と陰極 の剥離が起こり、電荷注入ができなくなる。特に高分子 化合物などを用い、スピンコートなどで成膜した場合、 成膜時の残留溶媒や分解物が電極の酸化反応を促進し、 電極の剥離が起こり部分的な非発光部を生じさせる。)

【0006】③ 発光効率が低く、発熱量が多いこと (有機化合物中に電流を流すので、高い電界強度下に有 機化合物を置かねばならず、発熱からは逃れられない。 その熱のため、有機化合物の溶融・結晶化・熱分解など 20 により素子の劣化・破壊が起こる。)

【0007】④有機化合物層の光化学的変化・電気化学 的変化

などが挙げられる。

【0008】特に、青色発光素子に関しては、信頼性が 高く安定な素子を提供する青色発光材料は少ない。一般 に、青色発光材料は結晶性が高い。例えば、ジフェニル アントラセンは髙い蛍光量子収率を持つにも関わらず、 結晶性が高く、この化合物を発光材料に用いて、素子を 作製しても高輝度・高効率で信頼性の高い素子を提供で 30 きなかった (C. Adachi, et al., Appli. Phys. Lett, . 56, 799(1990)] .

[0009]

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、特に 物理的変化や光化学的変化、電気化学的変化の少ない光 ・電子機能材料として新規なフェニルアントラセン誘導* *体を提供し、このフェニルアントラセン誘導体を用い、 信頼性および発光効率の高い種々の発光色を持った、特 に青色の発光色を持った有機EL素子を実現することで ある。特に、分子量の大きな化合物を蒸着法で形成した 有機薄膜を用い、素子の駆動時の駆動電圧上昇や輝度の 低下、電流のリーク、部分的な非発光部の出現・成長を 抑えた高信頼性の髙輝度発光素子を実現することであ る。

[0010]

【課題を解決するための手段】このような目的は、下記 (1)~(8)の本発明により達成される。

(1) 下記式 (I) で表されるフェニルアントラセン誘 導体。

式(I)

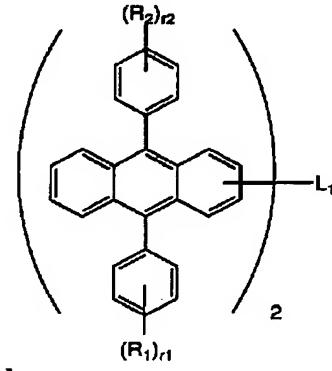
$A_1 - L - A_2$

〔式(I)において、A1 およびA2 は、各々モノフェ ニルアントリル基またはジフェニルアントリル基を表 し、これらは同一でも異なるものであってもよい。Lは 単結合または二価の連結基を表す。〕

(2) 下記化3または化4で表される上記(1)のフェ ニルアントラセン誘導体。

[0011]

【化3】



[0012]

【化4】

$$R_3$$
),3 $(R_4)_{r4}$

【0013】〔化3において、R1 およびR2 は、各々 アルキル基、シクロアルキル基、アリール基、アルケニ ル基、アルコキシ基、アリーロキシ基、アミノ基または 複素環基を表し、これらは同一でも異なるものであって もよい。 r 1 および r 2 は、各々、 0 または 1 ~ 5 の整 数を表す。 r 1 および r 2 が、各々、 2 以上の整数であ るとき、R1 同士およびR2 同士は各々同一でも異なる ものであってもよく、 R_1 同士または R_2 同士は結合し 50 これらは同一でも異なるものであってもよい。r 3 およ

て環を形成してもよい。L」は単結合またはアリーレン 基を表し、アリーレン基はアルキレン基、-〇-、-S ーまたは-NR-(ここで、Rはアルキル基またはアリ ール基を表す。)が介在するものであってもよい。化4 において、R。およびR。は、各々アルキル基、シクロ アルキル基、アリール基、アルケニル基、アルコキシ 基、アリーロキシ基、アミノ基または複素環基を表し、

びr4は、各々、0または1~5の整数を表す。r3お よびr4が、各々、2以上の整数であるとき、R。同士 およびR4同士は各々同一でも異なるものであってもよ く、Rs 同士またはR4 同士は結合して環を形成しても よい。L2 は単結合またはアリーレン基を表し、アリー レン基はアルキレン基、一〇一、一S-または一NR-(ここで、Rはアルキル基またはアリール基を表す。) が介在するものであってもよい。〕

- (3) 上記(1) または(2) のフェニルアントラセン 誘導体を含有する少なくとも1層の有機化合物層を有す 10 る有機EL案子。
- (4) 前記フェニルアントラセン誘導体を含有する有機 化合物層が発光層である上記(3)の有機EL案子。
- (5) さらに、少なくとも1層の正孔注入層と、少なく とも1層の正孔輸送層と、少なくとも1層の電子注入輸 送層とを有する上記(4)の有機EL素子。
- (6) さらに、少なくとも1層の正孔注入層と、少なく とも1層の正孔輸送層と、少なくとも1層の電子輸送層 と、少なくとも1層の電子注入層とを有する上記(4) の有機EL素子。
- (7) 前記フェニルアントラセン誘導体を含有する有機 化合物層が電子注入輸送層であり、さらに発光層を有す る上記(3)の有機EL素子。
- (8) 少なくとも1層の発光層を有し、この発光層が電 子注入輸送性化合物と正孔注入輸送性化合物との混合層 であって、この混合層が前記フェニルアントラセン誘導 体を含有する上記(3)の有機EL素子。

[0014]

【作用】本発明の有機EL素子は上記式(I)、好まし ため、10000cdm⁻² 程度、あるいはそれ以上の高輝 度が安定して得られる。また、耐熱性・耐久性が高く、 素子電流密度も1000mAcm-2程度でも安定した駆動が 可能である。

【0015】上記化合物の蒸着膜は安定なアモルファス 状態なので、薄膜の膜物性が良好となりムラがなく均一 な発光が可能である。また、大気下で一年以上安定であ り結晶化を起こさない。

【0016】また、クロロホルム溶液でスピンコートし 能である。

【0017】また、本発明の有機EL素子は、低駆動電 圧で効率よく発光する。

【0018】なお、本発明の有機EL素子の発光極大波 長は、400~700m程度である。

[0019]

【具体的構成】以下、本発明の具体的構成について詳細 に説明する。

【0020】本発明のフェニルアントラセン誘導体は式 (I)で示されるものである。式(I)について説明す 50 ピフェニルピニル基等が挙げられる。

ると、A: およびA2 は、各々モノフェニルアントリル 基またはジフェニルアントリル基を表し、これらは同一 でも異なるものであってもよい。

6

【0021】A1、A2で表されるモノフェニルアント リル基またはジフェニルアントリル基は、無置換でも置 換基を有するものであってもよく、置換基を有する場合 の置換基としては、アルキル基、アリール基、アルコキ シ基、アリーロキシ基、アミノ基等が挙げられ、これら の置換基はさらに置換されていてもよい。これらの置換 基については後述する。また、このような置換基の置換 位置は特に限定されないが、アントラセン環ではなく、 アントラセン環に結合したフェニル基であることが好ま しい。

【0022】また、アントラセン環におけるフェニル基 の結合位置はアントラセン環の9位、10位であること が好ましい。

【0023】式(I)において、Lは単結合または二価 の基を表すが、しで表される二価の基としてはアルキレ ン基等が介在してもよいアリーレン基が好ましい。この 20 ようなアリーレン基については後述する。

【0024】式(I)で示されるフェニルアントラセン 誘導体のなかでも、化3、化4で示されるものが好まし い。化3について説明すると、化3において、R1およ びR2は、各々アルキル基、シクロアルキル基、アリー ル基、アルコキシ基、アリーロキシ基、アミノ基または 複素環基を表す。

【0025】R1、R2で表されるアルキル基として は、直鎖状でも分岐を有するものであってもよく、炭素 数1~10、さらには1~4の置換もしくは無置換のア くは上記化3、化4に示される化合物を発光層に用いる 30 ルキル基が好ましい。特に、炭素数1~4の無置換のア ルキル基が好ましく、具体的にはメチル基、エチル基、 (n-, i-) プロピル基、(n-, i-, s-, t ー) プチル基等が挙げられる。

> 【0026】R1、R2で表されるシクロアルキル基と しては、シクロヘキシル基、シクロペンチル基等が挙げ られる。

【0027】R』、R』で表されるアリール基として は、炭素数6~20のものが好ましく、さらにはフェニ ル基、トリル基等の置換基を有するものであってもよ ても安定なアモルファス状態の薄膜を形成することが可40い。具体的には、フェニル基、(o-, m-, p-)ト リル基、ピレニル基、ナフチル基、アントリル基、ピフ ェニル基、フェニルアントリル基、トリルアントリル基 等が挙げられる。

> 【0028】R、、R」で表されるアルケニル基として は、総炭素数6~50のものが好ましく、無置換のもの であってもよいが置換基を有するものであってもよく、 置換基を有する方が好ましい。このときの置換基として は、フェニル基等のアリール基が好ましい。具体的に は、トリフェニルビニル基、トリトリルビニル基、トリ

【0029】R1、R2で表されるアルコキシ基として は、アルキル基部分の炭素数が1~6のものが好まし く、具体的にはメトキシ基、エトキシ基等が挙げられ る。アルコキシ基は、さらに置換されていてもよい。

【0030】Ri、Rzで表されるアリーロキシ基とし ては、フェノキシ基等が挙げられる。

【0031】R1、R2で表されるアミノ基は、無置換 でも置換基を有するものであってもよいが、置換基を有 することが好ましく、この場合の置換基としてはアルキ ル基(メチル基、エチル基等)、アリール基(フェニル 10 基等)などが挙げられる。具体的にはジエチルアミノ 基、ジフェニルアミノ基、ジ(m-トリル)アミノ基等 が挙げられる。

【0032】R1、R2で表される複素環基としては、 ピピリジル基、ピリミジル基、キノリル基、ピリジル 基、チエニル基、フリル基、オキサジアゾイル基等が挙 げられる。これらは、メチル基、フェニル基等の置換基 を有していてもよい。

【0033】化3において、r1およびr2は、各々、 0または $1\sim5$ の整数を表し、特に、0または1である 20 ことが好ましい。 r 1 および r 2 が、各々、1~5 の整 数、特に1または2であるとき、R1 およびR2 は、各 々、アルキル基、アリール基、アルケニル基、アルコキ シ基、アリーロキシ基、アミノ基であることが好まし MY.

【0034】化3において、R1とR2とは同一でも異 なるものであってもよく、R1 とR2 とが各々複数存在 するとき、R1 同士、R2 同士は各々同一でも異なるも のであってもよく、R1 同士あるいはR2 同士は結合し てベンゼン環等の環を形成してもよく、環を形成する場 30 合も好ましい。

【0035】化3において、Liは単結合またはアリー レン基を表す。し、で表されるアリーレン基としては、 無置換であることが好ましく、具体的にはフェニレン 基、ピフェニレン基、アントリレン基等の通常のアリー レン基の他、2個ないしそれ以上のアリーレン基が直接 連結したものが挙げられる。Liとしては、単結合、p -フェニレン基、4,4'-ピフェニレン基等が好まし 17

個ないしそれ以上のアリーレン基がアルキレン基、-〇 -、-S-または-NR-が介在して連結するものであ ってもよい。ここで、Rはアルキル基またはアリール基 を表す。アルキル基としてはメチル基、エチル基等が挙 げられ、アリール基としてはフェニル基等が挙げられ る。なかでも、アリール基が好ましく、上記のフェニル 基のほか、A₁、A₂であってもよく、さらにはフェニ ル基にA: またはA2 が置換したものであってもよい。

【0037】また、アルキレン基としてはメチレン基、

の具体例を以下に示す。

[0038]

【化5】

8

【0039】次に、化4について説明すると、化4にお いて、R3 およびR4 は化3におけるR1 およびR2 と、また r 3 および r 4 は化 3 における r 1 および r 2 【0036】また、 L_1 で表されるアリーレン基は、240 と、さらに L_2 は L_3 における L_1 とそれぞれ同義であ り、好ましいものも同様である。

> 【0040】化4において、R3とR4とは同一でも異 なるものであってもよく、R3とR4が各々複数存在す るとき、R。同士、R4同士は、各々同一でも異なるも のであってもよく、R₃ 同士あるいはR₄ 同士は結合し てペンゼン環等の環を形成してもよく、環を形成する場 合も好ましい。

【0041】化3、化4で表される化合物を以下に例示 するが、本発明はこれらに限定されるものではない。な エチレン基等がこの好ましい。このようなアリーレン基 50 お、化6、化8、化10、化12、化14、化16、化

18では一般式を示し、化7、化9、化11、化13、化15、化17、化19、化20で、各々対応する具体例をR₁₁~R₁₅、R₂₁~R₂₅あるいはR₃₁~R₃₅、R₄₁~R₄₅の組合せで示している。

【0043】 【化7】

【0042】 【化6】

	11				(1)			12	10 01	3-1- 0
化合物 No.	n Rii	Riz	R ₁₃	R ₁₄	R ₁₅	R ₂₁	R22	R ₂₃	R ₂₄	R ₂₅
I-1	Н	Н	Н	Н	Н	Н	Н	Н	Н	Н
I-2	CH2	H	H	Н	H	CH ₃	H	H	H	H
I-3	t-C₄H₀	Н	H	H	H	t-C₄H ₈	H	H	H	H
I-4	OCH ₃	H	H	Н	H	OCH _a	H	Н	H	H
I-5	OPh	H	H	Н	H	OPh .	Н	Н	H	Н
1-6	$N(C_2H_5)_2$	H	H	H	H	N (C2Hs) 2	Н	Н	H	Н
I-7	N'(Ph) 2	H	H	H	H	N (Ph) 2	Н	Н	H	Н
I-8	Ph	H	H	H	H	Ph	H	H	H	H
I-9	—()− CH ₃	H	H	Н	H	{} Сн₃	Н	Н	H	н
I-10	H	CH ₃	H	H	H	Н	CH ₃	Н	H	H
I-11	H	CH ₃	H	CH ₃	H	Н	CH ₃	H	CH ₃	Ħ
I-12	H	H	CH3	H	H	Н	H	CH ₃	H	Н
I-13	H	CHa	H	H	CH ₃	Н	CH₃	Ħ	H	CH₂
I-14	CH ₃	CH ₃	CH3	CH ₃	CH3	CH₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH ₃
I-15	t-C ₄ H ₉	Н	H	H	H	Н	Н	H	H	H
I-15	- O-O	H	H	H	Н		H	H	Н	Н
I-17	Н	Ph	H	H	H	Н	Ph	H	H	H
I-18	H	Н	Ph	H	Н	H	H	Ph	Н	Н
I-19	Ph C=C Ph	H	Н	Н	н	Ph C=C Ph	Н	H	Н	Н
I-20	n-C ₄ H ₀	H	H	H	Н	n-C4H5	Н	H	H	H

[0044]

【化8】

(8)

特開平8-12600

11

14

R ₁₅ R ₁₁ R ₁₄ R ₂₃ R ₂₂ R ₂₁	R ₁₄ R ₁₂ R ₁₃ R ₂₃ R ₂₄ R ₂₅	P ₂₁	R ₁₃ R ₂₄ R ₂₅		10		
化合物 No.	Rti	R ₁₂	R _{1.8}	R ₁₄	R ₁₅	R ₂₁	
П-1	H	Н	Н	Н	Н	H	
П-2	CH ₃	H	H	H	Н	CH₃	

化合物 No.	Rii	R ₁₂	R1 3	R14	R15	R ₂₁	R22	R _{2.3}	R _{z4}	Rzs
П-1	H	Н	Н	H	H	Ħ	H	Ħ	H	H
II -2	CH ₃	H	H	H	H	CH ₃	Н	H	H	Н
. II -3	t-C ₄ H ₉	Н	Н	H	H	t-C4H9	H	H	H	Н
II -4	OCH ₃	Н	H	H	H	OCH ₃	H	H	H	H
II -5	0Ph	H	H	H	H	OPh	H	H	H	Н
II -8	N (C ₂ H ₅) ₂	H	H	H	H	$N(C_2H_6)_2$	H	H	H	Н
II -7	N (Ph) 2	H	H	H	H	N (Ph) 2	H	H	H	Н
II -8	Ph	H	H	H	H	Ph	Н	H	H	Н
П-9	—⟨ CH³	H	H	H	Н	— (_) → CH ₃	H	H	H	Н
п-10	H	CHa	H	H	H	H	CHa	H	H	H
II -11	H	H	CH.	Н	H	H	Н	CH*	H	H
II -12	H	H	CH:	CHa	H	H	Н	CH ₃	CH ₃	H
II -13	H	H	CH:	H	CH ₃	H	H	CH3	H	СН₃
П-14	CH ₂	CH ₃	CH ₃	CH ₃	CHa	CH ₃	CH.	CH.	CH ₂	CH.₃
II -15	t-C4H9	H	H	H	Ħ	H	H	H	H	Н
П-16		H	H	H	H -		H	H	H	Н
П-17	H	Ph	H	H	H	H	Ph	Н	H	Н
II -18	H	H	Ph	H	H	H	H	Ph	H	Н

特開平8-12600

16

[0046]

15

* * 【化10】

$$R_{15}$$
 R_{14}
 R_{13}
 R_{14}
 R_{13}
 R_{23}
 R_{24}
 R_{25}
 R_{24}
 R_{25}
 R_{21}

[0047]

【化11】

18

化合物 No.	Rıı	R ₁₂	R ₁₃	R14	R ₁₅	R ₂₁	R ₂₂	Rzs	R ₂₄	R ₂₅
111 - 1	Н	H	Н	Н	Н	H	H	Н	H	Н
111-2	CHa	H	H	H	H	CH ₃	H	H	H	H
III - 3	t-C4H9	Ħ	H	H	H	t-C4H9	H	H	H	H
III-4	OCH ₃	B	Н	H	H	OCH ₈	H	H	H	H
III - 5	0Ph	H	H	H	H	OPh	H	H	H	H
III -6	$N(C_2H_5)_2$	H	H	H	H	$N(C_2H_5)_2$	H	H	H	H
III - 7	N (Ph) *	H	H	H	H	N (Ph) z	H	H	H	H
Ⅲ-8	Ph	H	H	H	H	Ph	H	H	H	H
m-9	—⟨> CH³	H	Н	Ħ	H	− ⟨_} c+,	H	H	H	H
III-10	н	CHa	H	H	H	н	CHa	H	H	Н
M-11	Н	н	Cila	B	H	H	H	CH ₃	H	H
III-12	H	H	CH ₃	CHa	В	H	H	CH3	CHa	H
III-13	H	H	CHa	H	CH³	H	H	CH3	H	CH ₃
Ш-14	CH.	CHs	CH3	CH a	CH ₃	CH ₃	CH ₃	CH3	CHs	CH2
III-15	H	Ph	H	H	H	H	Ph	H	H	H
Ш-16	H	H	Ph	H	H	H	Н	Ph	H	H
ш-17		H	H	H	H		Н	Н	H	Н
III-18	t-C4H9	H	H	H	H	H	Н	Н	H	Н
M-19	$\overline{}$	H	H	H	Н	$\overline{}$	Н	H	Н	H
III-20	N·N → Ph	H	H	Н	H	$ \begin{pmatrix} 0 \\ \end{pmatrix}$ Ph	Н	Н	H	Н
III -21	رِيً∕ CH²	H	Н	H	H	-(s) cons	Н	Н	H	H
III -22		H	H	H	H		H	Н	Н	H

[0048] [化12] (11)

特開平8-12600

20

R₂₂

R₁₅ R₁₁ R₁₂ R₁₃ R₂₃ R₂₄ R₂₅ R₂₁

R₂₅

H₂₁

19

[0049] [化13]

-1149-

21

化合物 No.	R ₁₁	Riz	Ria	R ₁₄	R ₁₅	R21	R _{2 2}	Rzs	R ₂₄	R ₂₅
[V-1	H	Н	H	Н	H	Н	H	Н	Н	H
ſ V −2	CH ₃	H	H	H	H	CHa	H	Н	Н	Н
IV-3	t-C ₄ H ₉	H	H	H	H	t-C ₄ H ₉	H	H	H	H
IV-4	OCH ₃	H	H	H	H	OCH ₃	H	H	H	H
IV-5	OPh	H	H	H	H	0Ph	H	H	H	H
IV-6	N (C _z H ₅) ₂	H	H	Н	H	$N(C_2H_5)_2$	H	H	H	H
IV-7	N (Ph) 2	H	Н	H	H	N (Ph) 2	H	H	H	H
8-VI	Ph	H	H	H	H	Ph	H	H	H	H
IA-8	—⟨> CH₃	H	Н	Н	H	— ⟨ _> CH₃	H	H	H	H
IV-10	H	CH2	H	H	H	H	CH ₃	H	H	Н
IV-11	н	H	CH ₃	H	H	Н	H	CH ₃	H	H
IV-12	Н	H	CH3	CH ₃	Ħ	Н	Н	CH3	CHs	H
IV-13	Н	H	CH3	H	CHa	Н	H	CH3	Н	CH3
IV-14	CH ₃	CHa	CH ₃	CH ₃	CH3	CH ₃	CHa	CH ₃	CHs	CHs
IV-15	H	Ph	H	H	H	H	Ph	H	H	Н
IV-16	H	H	Ph	H	Н	H	H	Ph	H	H
IV-17		Н	H	H	н -		H	H	Н	H
IV-18	t-C4H8	H	Н	Н .	H	H	Н	H	Н	H
IV-19	$\overline{}$	H	Н	Н	H	$\overline{}$	·H	H	H	H
IV-20	-√°, → bu	Н	Н	H	H	—⟨°; bµ	Н	Н	Н	H

[0050]

* *【化14】

٧

[0051]

【化15】

化合物 No.	Rsı	Rae	Ras	R ₃₋₄	R35	R ₄₁	Rez	R43	R-4	Ras
V-1	Н	Н	H	H	Н	H	Н	Н	Н	Н
V-2	CH ₃	R	H	H	H	CH ₃	H	H	H	H
V-3	t-C₄H•	H	H	H	H	t-C₄H ₈	Н	H	H	H
V-4	OCH _s	H	H	H	Н	OCH ₃	H	H	H	H
V -5	OPh	Н	Н	H	H	OPh	Н	H	H	H
V-6	N (C2H5) 2	H	H	H	H	N (C2H5) 2	Н	H	H	H
V-7	N (Ph) 2	H	Н	H	H	N (Ph) 2	H	H	H	H
V-8	Ph	H	Н	H	H	Ph	H	H	H	H
V-9	— СН₃	B	H	H	H	—(СH3	Н	H	H	Н
V-10	H	CHa	H	H	H	H	CH ₂	H	H	H
V-11	H	H	CH ₃	H	H	H	H	CH ₃	H	H
V-12	H	H	CH ₃	CH ₃	H	H	H	CH ₃ .	CH ₃	H
V-13	H	H	CH ₃	H	CH3	H	H	CH3	H	CH ₂
V-14	CH 2	CH ₃	CH ₃	CHa	CH ²	CHs	CH ₃	CH3	CH ₃	CH.
V-15	Ħ	Ph	H	H	H	H	Ph	H	Н	H
V-16	H	H	Ph	H	H	H	H	Ph	H	H
V-17	- ⊘ - ⊘	H	H	H	H		H	H	H	H
V-18	t-C₄H ₈	Ħ	H	H	Н	t-C ₄ H ₉	H	H	H	H
V-19		H	H	H	H		H	Н	H	H
V-20		H	H	H	H		H	H	Н	H
V-21	——————————————————————————————————————	H	H	H	H	→	H	H	H	H
V-22	—() Ph	Н	H	H	Н	Ph Ph	H	H	Н	H
V-23	N·N O Ph CH ₃	H	H	Н	Н	-{s} снь	H	Н	Н	H

[0052]

【化16】

特開平8-12600

25 VI

26

$$R_{35}$$
 R_{34} R_{45} R_{41} R_{43} R_{42} R_{43} R_{42} R_{41} R_{41} R_{42}

[0053]

	27			·	(19)			2		469 T O
化合物 No.	R ₃₁	R _{3 2}	Ras	R ₈₋₄	R35	R41	R ₄₂	R43	R44	R ₄₅
VI-1	H	H	Н	Н	Н	Н	Н	Н	H	H
VI-2	CH ₃	H	H	H	H	CH _a	H	H	H	Н
VI-3	t-C₄H ₉	H	H	H	H	t-C ₄ H ₉	H	H	H	H
VI-4	OCH ₃	H	H	H	H	OCH ₃	H	H	H	Н
VI-5	OPh	H	H	H	H	0Ph	H	H	H	H
VI-8	$N(C_2H_5)_z$	H	H	H	Н	$N(C_2H_5)_2$	H	H	H	H
VI-7	N(Ph) s	H	H	H	H	N (Ph) 2	H	H	H	Ц
VI-8	Ph	H	H	H	H	Ph	H	H	H	H
VI-9	—(> CH3	Н	H	H	H	—{	H	Ħ	H	H
VI-10	Н	CHs	H	H	H	H	CHs	H	H	Н
VI-11	H	H	CH ₃	H	Н	H	H	CH ₂	H	Н
VI-12	H	H	CH3	CH ₃	H	H	H	CH ₃	CHs	H
VI-13	H	H	CH ₃	H	CH ₃	H	H	CH ₃	H	CH ₃
VI-14	CH ₈	CHa	CHa	CH3	CH ₃	CH3	CHa	CH3	CHa	CH3
VI-15	H	Ph	H	H	H	H	Ph	H	H	H
VI-16	H	H	Ph	H	H	H	H	Ph	H	H
VI-17		H	H	H	H		H	H	H	Н
VI-18	t-C4H9	H	H	H	H	H	H	H	H	Н
VI-19		H	Н	H	H I		Н	H	H	Н
VI-20		H	H	H	H		Н	H	H	Н
VI-21		Ħ	H	Н	H	H	H	H	H	H
VI-22	CH3-O-8	Н	H	Н	H	CH ₃	Н	Н	н	Н
VI-23	$\overline{}$	Н	H	H	H	$\overline{}$	Н	H	Н	H
VI-24	N·N ———————————————————————————————————	Н	H	H	Н	V.N O Ph	H	Н	Н	H

[0054] [作18]

特開平8-12600

30

*2*9 VII

R₃₁ R₃₂ R₃₃ R₄₂ R₄₅ R₄₅ R₄₅ R₄₁

*【化19】

[0055]

化合物 No.	R ₃₁	R _{2 2}	R38	R _{3.4}	R25	R ₄₁	R ₄₂	R43	R44	R ₄₅
VII-1	Н	H	H	H	Н	Н	Н	Н	Н	H

VII-1	Н	H	H	Ħ	H	Н	Н	Н	H	H
VII-2	СНз	Н	H	H	H	CH _s	H	H	H	H
VII-3	t-C ₄ H ₉	Н	Н	H	H	t-C4H,	H	H	H	H
VII-4	OCH ₃	H	H	H	H	OCH.	Н	H	H	H
VII-5	OPh	H	Н	H	Н	0Ph	H	Н	H _.	H
VII-6	N (C2H5) 2	H	H	H	H	N (C ₂ H ₆) ₂	H	Н	H	H
VII-7	N(Ph) _z	H	Н	H	Н	N (Ph) 2	H	H	H	H
VII-8	Ph	H	Н	H	H	Ph	H	H	H	H
VII-9	— СН ₃	Н	H	H	H	() CH ₃	H	H	H	H
VII-10	Н	H	CH ₃	CH ₃	H	H	H	CH3	CH ₃	H
VII-11	H	H	CH ₂	H	CH3	H	H	CH₃	H	CH,
VII-12	. Н	CH³	H	Н	H	H	CH ₃	H	Н	H
										•

H

H

CH3

CH₂

CH₃ CH₃ CH₃

H

[0056]

VII-13

VII-14

H

CHa

【化20】

H

CH3

H

CH₃ H

CH₃ CH₃ CH₃ CH₃

H

化合物 No.	Rai	R32	Ras	R ₃₄	R ₈₅	R41	R42	R ₄₃	R44	R ₄₅
VII-15	Н	· Ph	Н	Н	H	Н	Ph	Н	H	Н
VII-16	H	Н	Ph	H	H .	Н	Н	Ph	H	Н
VII-17		H	H	H	H		Н	H	H	H
VII-18	t-C₄H _P	H	H	Н	H	H	H	Н	H	Н
VII-19		Ħ	Н	Н	H		Н	Н	H	Н
VII-20	$\overline{}$	H	H	Н	H	$\overline{}$	Н	H	Н	H
VII-21	-《少Ph	H	Н	H	H	N·N O. Ph	Н	H	H	Н
VII-22	CH ₃	H	H	Н			Н	H	H	Н
VII-23	Ph Ph	H	Н	H	H	C=C Ph	H	Н	Н	H

[0057] [化21]

H

H

RazとRas とで H

OCH₄ H

H

H

H

 $n-C_4H_9$

H

H H

H OCH_s H

R42とR43 とで H

31

VII-24

VII-25

VII-26

n-C₄H₉

H

33

VIII - 1

VIII - 2

VIII - 3

[0058] [化22] (19)

特開平8-12600

35

93

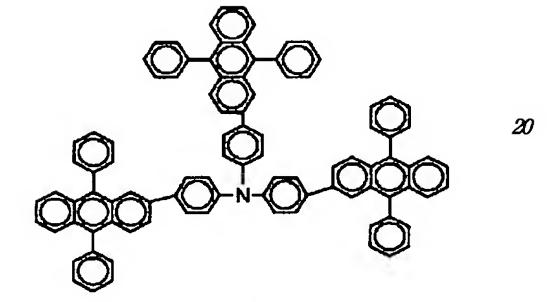
36

[0059] [化23]

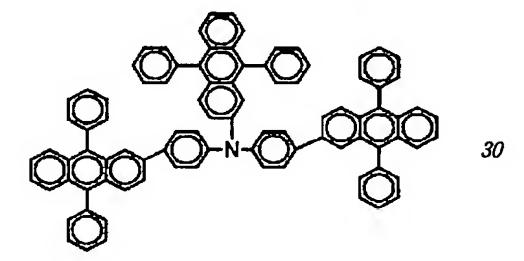
VIII - 4

VIII - 5

VIII - 6



VIII - 7



—1157—

37 IX - 1 1X - 2 IX - 3 IX - 4 IX - 5 IX - 6 *【化24】 X - 1

CH3

[0060]

【 $0\ 0\ 6\ 1$ 】本発明のフェニルアントラセン誘導体(以 2 〔 $c\ o\ d\ :\ 1$, $5\ -$ シクロオクタジエン〕でカップリ下、「本発明の化合物」ともいう。)は、(1)ハロゲ ング、もしくはジハロゲン化アリールをグリニャール化ン化ジフェニルアントラセン化合物を、Ni($c\ o\ d$) $50\$ しNiCl2($d\ p\ p\ e$)[$d\ p\ p\ e$:ジフェニルフォ

i - C₄H₉

スフィノエタン]、NiCl2 (dppp) [dpp p:ジフェニルフォスフィノプロパン〕、などのNi錯 体などを用いてクロスカップリングする方法、(2)ア ントラキノン、ペンゾキノン、フェニルアンスロンもし くはピアントロンとグリニャール化したアリールもしく はリチオ化したアリールとの反応および還元によりクロ スカップリングする方法、等により得られる。

【0062】このようにして得られた化合物は、元素分 析、質量分析、赤外吸収スペクトル、「Hまたは13 C核 磁気共鳴吸収(NMR)スペクトルなどによって同定す 10 ることができる。

【0063】本発明のフェニルアントラセン誘導体は、 400~2000程度、さらには400~1000程度 の分子量をもち、200~500℃の高融点を有し、8 **0~250℃**、さらには**100~250℃**、よりさらに は130~250℃、特に150~250℃のガラス転 移温度(Tg)を示す。従って、通常の真空蒸着等によ り透明で室温以上でも安定なアモルファス状態の平滑で 良好な膜を形成し、しかもその良好な膜の状態が長期間 に渡って維持される。

【0064】本発明の有機EL素子(以下、「EL素 子」ともいう。) は、少なくとも1層の有機化合物層を 有し、少なくとも1層の有機化合物層が本発明の化合物 を含有する。本発明の有機EL素子の構成例を図1に示 す。同図に示される有機EL素子1は、基板2上に、陽 極 3、正孔注入輸送層 4、発光層 5、電子注入輸送層 6、陰極7を順次有する。

【0065】発光層は、正孔および電子の注入機能、そ れらの輸送機能、正孔と電子の再結合により励起子を生 正孔の注入を容易にする機能、正孔を輸送する機能およ び電子の輸送を妨げる機能を有し、電子注入輸送層は、 陰極からの電子の注入を容易にする機能、電子を輸送す る機能および正孔の輸送を妨げる機能を有するものであ り、これらの層は、発光層へ注入される正孔や電子を増 大・閉じ込めさせ、再結合領域を最適化させ、発光効率 を改善する。電子注入輸送層および正孔注入輸送層は、 発光層に用いる化合物の電子注入、電子輸送、正孔注 入、正孔輸送の各機能の高さを考慮し、必要に応じて設 けられる。例えば、発光層に用いる化合物の正孔注入輸 40 送機能または電子注入輸送機能が高い場合には、正孔注 入輸送層または電子注入輸送層を設けずに、発光層が正 孔注入輸送層または電子注入輸送層を兼ねる構成とする ことができる。また、場合によっては正孔注入輸送層お よび電子注入輸送層のいずれも設けなくてよい。また、 正孔注入輸送層および電子注入輸送層は、それぞれにお いて、注入機能をもつ層と輸送機能をもつ層とを別個に 設けてもよい。

【0066】本発明の化合物は、比較的ニュートラルな 化合物なので発光層に用いることが好ましいが、正孔注 50 できる。また、案子化する場合、蒸着を用いているので

入輸送層や電子注入輸送層にも適用可能である。

【0067】また、組み合わせる発光層や電子注入輸送 層や正孔注入輸送層のキャリア移動度やキャリア密度 (イオン化ポテンシャル・電子親和力により決まる)を 考慮しながら、膜厚をコントロールすることで、再結合 領域・発光領域を自由に設計することが可能であり、発 光色の設計や、両電極の干渉効果による発光輝度・発光 スペクトルの制御や、発光の空間分布の制御を可能にで きる。

40

- 【0068】本発明の化合物を発光層に用いる場合につ いて説明する。発光層には本発明の化合物のほか、他の 蛍光性物質を用いてもよく、他の蛍光性物質としては、 例えば、特開昭63-264692号公報に開示されて いるような化合物、例えば、キナクリドン、ルプレン、 スチリル系色素等の化合物から選択される少なくとも1 種が挙げられる。このような蛍光性物質の含有量は、本 発明の化合物の10モル%以下とすることが好ましい。 このような化合物を適宜選択して添加することにより、 発光光を長波長側にシフトすることができる。
- 【0069】また、発光層には、一重項酸素クエンチャ 20 ーが含有されていてもよい。このようなクエンチャーと しては、ニッケル錯体や、ルプレン、ジフェニルイソペ ンゾフラン、三級アミン等が挙げられる。このようなク エンチャーの含有量は、本発明の化合物の10モル%以 下とすることが好ましい。

【0070】本発明の化合物を発光層に用いる場合、正 孔注入輸送層および電子注入輸送層には、通常の有機E **L素子に用いられている各種有機化合物、例えば、特開** 昭63-295695号公報、特開平2-191694 成させる機能を有する。正孔注入輸送層は、陽極からの 30 号公報、特開平3-792号公報等に記載されている各 種有機化合物を用いることができる。例えば、正孔注入 輸送層には、芳香族三級アミン、ヒドラゾン誘導体、カ ルパゾール誘導体、トリアゾール誘導体、イミダゾール 誘導体等を用いることができ、また、電子注入輸送層に は、アルミキノリノールなどの有機金属錯体誘導体、オ キサジアゾール誘導体、ピリジン誘導体、ピリミジン誘 導体、キノリン誘導体、キノキサリン誘導体、ジフェニ ルキノン誘導体、ペリレン誘導体、フルオレン誘導体等 を用いることができる。

> 【0071】正孔注入輸送層を正孔注入層と正孔輸送層 とに分けて設層する場合は、正孔注入輸送層用の化合物 のなかから好ましい組合せを選択して用いることができ る。このとき、陽極 (ITO等) 側からイオン化ポテン シャルの小さい化合物の層の順に積層することが好まし い。また陽極表面には薄膜性の良好な化合物を用いるこ とが好ましい。このような積層順については、正孔注入 輸送層を2層以上設けるときも同様である。このような 積層順とすることによって、駆動電圧が低下し、電流リ ークの発生やダークスポットの発生・成長を防ぐことが

る。

41

1~10m程度の薄い膜も、均一かつピンホールフリー とすることができるため、正孔注入層にイオン化ポテン シャルが小さく、可視部に吸収をもつような化合物を用 いても、発光色の色調変化や再吸収による効率の低下を 防ぐことができる。

【0072】電子注入輸送層を電子注入層と電子輸送層 とに分けて設層する場合は、電子注入輸送層用の化合物 のなかから好ましい組合せを選択して用いることができ る。このとき、陰極側から電子親和力の値の大きい化合 物の層の順に積層することが好ましい。このような積層 *10* 順については電子注入輸送層を2層以上設けるときも同 様である。

【0073】なお、本発明では、発光層を電子注入輸送 性化合物と正孔注入輸送性化合物との混合層とすること も好ましい。そして、このような混合層に本発明の化合 物を含有させる。本発明の化合物は、通常、蛍光性物質 として含有されるため、より具体的には、本発明の化合 物が電子注入輸送性化合物であるとき、他の正孔注入輸 送性化合物をさらに添加することが好ましく、本発明の 化合物が正孔注入輸送性化合物であるときは、他の電子 20 注入輸送性化合物をさらに添加することが好ましい。上 記の混合層における電子注入輸送性化合物と正孔注入輸 送性化合物との混合比は、重量比で、電子注入輸送性化 合物:正孔注入輸送性化合物が60:40~40:60 であることが好ましく、特には50:50程度であるこ とが好ましい。

【0074】この混合に供する電子注入輸送性化合物 は、上記の電子注入輸送層用の化合物のなかから、また 正孔注入輸送性化合物は、上記の正孔注入輸送層用の化 合によっては本発明の化合物から選択して用いてもよ い。さらに、混合層において、電子注入輸送性化合物、 正孔注入輸送性化合物は各々1種のみ用いても2種以上 を併用してもよい。また、混合層には発光強度を高める ために、本発明の化合物や他の蛍光性物質をドープして 用いてもよい。

【0075】さらに、他の電子注入輸送性化合物および 他の正孔注入輸送性化合物の混合層とし、このような混 合層に本発明の化合物をドープして用いてもよい。

とによって、素子の安定性が向上する。

【0077】本発明の化合物は電子注入輸送層に用いる ことも好ましい。この場合、発光層に用いる蛍光性物質 は、本発明の化合物より長波長もしくは同程度の波長の **蛍光をもつものを用いることが好ましい。例えば、上記** した、発光層において本発明の化合物と併用できる蛍光 性物質のなかから選択して用いることができる。また、 本発明の化合物は、このような構成において、さらに発 光層にも用いることができる。また、本発明の化合物は 電子注入輸送層を兼ねた発光層にも用いることができ 50 は、図1に示される積層順序を逆にしてもよい。

【0078】本発明の化合物は正孔注入輸送層に用いる ことができる。

42

【① 0 7 9】 本発明の化合物を正孔注入輸送層に用いる 場合、発光層に用いる蛍光性物質は、本発明の化合物よ り長波長の蛍光をもつものから選択すればよく、例え は、上記した、発光層において本発明の化合物と併用さ れる蛍光性物質の1種以上から適宜選択すればよい。こ のような場合、発光層にも本発明の化合物を用いること ができる。

【0080】なお、上記において、他の蛍光性物質を主 に発光層に用いる場合、本発明の化合物を蛍光性物質と して10モル%以下添加して併用してもよい。

【0081】発光層の厚さ、正孔注入輸送層の厚さおよ び電子注入輸送層の厚さは特に限定されず、形成方法に よっても異なるが、通常、5~1000m程度、特に8 ~200㎜とすることが好ましい。

【0082】正孔注入輸送層の厚さおよび電子注入輸送 層の厚さは、再結合・発光領域の設計によるが、発光層 の厚さと同程度もしくは1/10~10倍程度とすれば よい。電子もしくは正孔の、各々の注入層と輸送層を分 ける場合は、注入層は1m以上、輸送層は20m以上と するのが好ましい。このときの注入層、輸送層の厚さの 上限は、通常、注入層で100㎜程度、輸送層で100 0㎜程度である。

【0083】陰極には、仕事関数の小さい材料、例え ば、Li、Na、Mg、Al、Ag、Inあるいはこれ らの1種以上を含む合金を用いることが好ましい。ま た、陰極は結晶粒が細かいことが好ましく、特に、アモ 合物のなかから選択して用いることができる。また、場 30 ルファス状態であることが好ましい。陰極の厚さは10 ~1000m程度とすることが好ましい。

【0084】EL素子を面発光させるためには、少なく とも一方の電極が透明ないし半透明である必要があり、 上記したように陰極の材料には制限があるので、好まし くは発光光の透過率が80%以上となるように陽極の材 料および厚さを決定することが好ましい。具体的には、 例えば、ITO、SnO2、Ni、Au、Pt、Pd、 ドーパントをドープしたポリピロールなどを陽極に用い ることが好ましい。また、陽極の厚さは10~500mm 【0076】このような混合層をEL案子に適用するこ 40 程度とすることが好ましい。また、案子の信頼性を向上 するために駆動電圧が低いことが必要であるが、好まし いものとして10~30 Ω / \square 程度なしし10 Ω / \square 以 下 (通常5~10Ω/□) のITOが挙げられる。

> 【0085】基板材料に特に制限はないが、図示例では 基板側から発光光を取り出すため、ガラスや樹脂等の透 明ないし半透明材料を用いる。また、基板に色フィルタ 一膜や誘電体反射膜を用いて発光色をコントロールして もよい。

【0086】なお、基板に不透明な材料を用いる場合に

(23)

43

【0087】次に、本発明の有機EL素子の製造方法を 説明する。

【0088】陰極および陽極は、蒸着法やスパッタ法等 の気相成長法により形成することが好ましい。

【0089】正孔注入輸送層、発光層および電子注入輸 送層の形成には、均質な薄膜が形成できることから真空 蒸着法を用いることが好ましい。真空蒸着法を用いた場 合、アモルファス状態または結晶粒径が 0. 1 μ μ 以下 (通常 0. 0 1 μ μ 以上) の均質な薄膜が得られる。結 晶粒径が 0.1μ m を超えていると、不均一な発光とな 10 (cod) $_2$)0.37g(1.35mol)、2,2り、素子の駆動電圧を高くしなければならなくなり、電 荷の注入効率も著しく低下する。

【0090】真空蒸着の条件は特に限定されないが、1 0⁻⁵ Torr以下の真空度とし、蒸着速度は 0. 1~1 nm/ sec 程度とすることが好ましい。また、真空中で連続し て各層を形成することが好ましい。真空中で連続して形 成すれば、各層の界面に不純物が吸着することを防げる ため、高特性が得られる。また、素子の駆動電圧を低く することができる。

合において、1層に複数の化合物を含有させる場合、化 合物を入れた各ポートを個別に温度制御して水晶振動子 膜厚計でモニターしながら共蒸着することが好ましい。

【0092】本発明のEL素子は、通常、直流駆動型の*

元素分析:

94.80 5. 20 計算值/% 測定値/% 94.96 4. 90

C

質量分析:m/e 658 (M⁺)

赤外吸収スペクトル:図2 NMRスペクトル: 図3

示差走査熱量測定(DSC):融点450℃、ガラス転 移温度181℃

【0096】<実施例2>

化合物II-1の合成

ピス(1, 5 - シクロオクタジエン)ニッケル(N i $(cod)_2$) 0. 37g (1. 35mmol), 2, 2' -ピピリジン0. 20g (1. 28mmol) と、1,5-※

元素分析:

計算値/% 94.80

測定值/% 94.60 4.97

C

質量分析:m/e 658 (M⁺)

赤外吸収スペクトル:図4 NMRスペクトル: 図5 【0098】<実施例3>

化合物 III-1の合成

シュレンクフラスコにアルゴン下で活性化したマグネシ ウム 0. 2 6 7g (1 0 mmol) に、4, 4'ージーヨー ドピフェニル 2. 2 2g (5. 4 6 mol) のテトラヒド ロフラン(THF)溶液50mlを滴下しグリニャール化 した。この反応溶液にNiCl₂ (dppe) 0. 4g 50 【0099】

*EL素子として用いられるが、交流駆動またはパルス駆 動することもできる。印加電圧は、通常、2~207程 度とされる。

[0093]

【実施例】以下、本発明の具体的実施例を比較例ととも に示し、本発明をさらに詳細に説明する。

【0094】<実施例1>

化合物 I-1の合成

ピス (1, 5-シクロオクタジエン) ニッケル (Ni ーピピリジン0. 20g (1. 28mmol) と、1,5-シクロオクタジエン 0. 2 0 ml を、N. N - ジメチルホ ルムアミド20回に窒素雰囲気中で混合し、さらに2-クロロー9, 10-ジフェニルアントラセン1, 00g (2.74mmol)を加え、60℃で24時間攪拌した。 この反応溶液を1N塩酸水溶液に投入し、トルエンとク ロロホルムで抽出し、水洗後、硫酸マグネシウムで乾燥 した。得られた生成物をアセトンで再沈し、クロロホル ムより3回再結晶し、トルエンを抽出溶媒としてシリカ 【0091】これら各層の形成に真空蒸着法を用いる場 20 カラム精製し、0.53gの黄白色固体を得た。得られ た黄白色固体 0.5g を昇華精製し、0.23g の青色 蛍光をもつ黄白色固体を得た。

[0095]

H

※シクロオクタジエン O. 2 Omlを、N, N – ジメチルホ ルムアミド20mlに窒素雰囲気中で混合し、さらに1-30 クロロー9, 10-ジフェニルアントラセン1. 00g (2. 74mmol) を加え、60℃で24時間攪拌した。 この反応溶液を1N塩酸水溶液に投入し、トルエンとク ロロホルムで抽出し、水洗後、硫酸マグネシウムで乾燥 した。得られた生成物をアセトンで再沈し、クロロホル ムより3回再結晶し、トルエンを抽出溶媒としてシリカ カラム精製し、0.20g の黄白色固体を得た。

H

[0097]

5. 20

0 0g (1 0 mmol) を加え、6 0℃で4時間還流した。 この反応溶液を1N塩酸水溶液に投入しトルエンとクロ ロホルムで抽出し、水洗後、硫酸マグネシウムで乾燥し た。溶媒を留去後、アセトン/ジクロロメタンにより再 結晶し、さらにトルエンとヘキサンを抽出溶媒としてシ リカカラム精製し、2. Og の背緑色蛍光を示す黄白色 固体を得た。この黄白色固体 1.0g を昇華精製し、

と2-クロロ-9, 10-ジフェニルアントラセン4.

0. 6g の純粋な黄白色固体を得た。

—1161—

元素分析:

H C

計算值/% 94.54 5. 45 94.50 測定値/% 5. 40

質量分析:m/e 586 (M⁺)

示差走査熱量測定(DSC): 融点350℃、ガラス転 移温度120℃

イオン化ポテンシャル:5.95eV

【0100】なお、赤外吸収スペクトル、NMRスペク トルの結果からも、上記化合物と同定した。

【0101】<実施例4>

化合物V-1の合成

シュレンクフラスコにアルゴン下で活性化したマグネシ ウム 0. 267g (10 mol) に、4,4'ージーヨー ドピフェニル 2. 0 2g (4. 9 7 mmol) のTHF溶液 50mlを滴下しグリニャール化した。この反応溶液をア*

元素分析:

H

再結晶した。

計算値/% 94.80 5. 20 測定值/% 94. 58 5. 10

C

質量分析:m/e 658 (M⁺)

なお、赤外吸収スペクトル、NMRスペクトルの結果か 20 示差走査熱量測定(DSC): 融点350℃、ガラス転 らも、上記化合物と同定した。

【0102】<実施例5>

化合物 VII-2の合成

シュレンクフラスコにアルゴン下で、ピアントロン1. Og (2.6 mmol)をTHF50mlに溶解し、この溶液 中に、4-メチルフェニルマグネシウムプロマイドのエ ーテル溶液(6.0mmol)を滴下し、4時間還流した。 この反応溶液を、塩化アンモニウム水溶液に投入し、ト ルエンとクロロホルムで抽出し、水洗後、硫酸マグネシ ウムで乾燥した。次にこの生成物を酢酸100mlに溶解 30 示差走査熱量測定(DSC):融点411℃ し、沃化水素水溶液を滴下後、4時間攪拌し、二塩化ス ズ (SnCl₂) の塩酸溶液を滴下し、さらに100℃ で1時間攪拌した。この後、水を加え、クロロホルムと 【0108】 〈実施例8〉 トルエンで抽出し、硫酸マグネシウムで乾燥した。溶媒 を留去した後、アセトン、メタノールで洗浄し、トルエ ンとヘキサン(1:4)を溶出溶媒としてシリカカラム 精製後、トルエンより再結晶し、0.8g の白色固体を 得た。

質量分析:m/e 535 (M+1) +

赤外吸収スペクトル:図6

NMRスペクトル: 図7

示差走査熱量測定 (DSC): 融点365℃、ガラス転 移温度162℃

【0103】なお、元素分析における計算値と測定値も よく一致した。

【0104】<実施例6>

化合物 VII-1の合成

実施例5に準じて合成した。

質量分析:m/e 506 (M⁺)

赤外吸収スペクトル:図8

NMRスペクトル: 図9

移温度130℃

46

*ントラキノン1.04g (5 mol)のTHF溶液中に滴

下し1時間攪拌した。この後フェニルマグネシウムアイ

オダイドのTHF溶液を滴下し、60℃で2時間還流し

た。反応溶液を1N塩酸水溶液に投入しトルエンとクロ

ロホルムで抽出し、水洗後、硫酸マグネシウムで乾燥し

た。次に、この生成物を酢酸100mlに溶解し沃化水素

(SnCl₂)の塩酸溶液を遊離した沃素が消えるまで

入れた。クロロホルムとトルエンで抽出し硫酸マグネシ

ウムで乾燥した。溶媒を留去後、トルエンを溶出溶媒と

してシリカカラム精製した後、アセトン/トルエンより

10 水溶液を滴下後4時間攪拌した。この溶液に二塩化スズ

【0105】なお、元素分析における計算値と測定値も よく一致した。

【0106】<実施例7>

化合物 VII-3の合成

実施例5に準じて合成した。

質量分析:m/e 619 (M+1) +

赤外吸収スペクトル:図10

NMRスペクトル: 図11

【0107】なお、元素分析における計算値と測定値も よく一致した。

化合物 VII-4の合成

実施例5に準じて合成した。

質量分析:m/e 566(M+1)⁺

赤外吸収スペクトル:図12

NMRスペクトル: 図13

【0109】なお、元素分析における計算値と測定値も *40* よく一致した。

【0110】<実施例9>

化合物 VII-8の合成

実施例5に準じて合成した。

質量分析:m/e 658(M⁺)

赤外吸収スペクトル:図14

NMRスペクトル: 図15

示差走査熱量測定 (DSC): 融点345℃、ガラス転 移温度188℃

【0111】なお、元素分析における計算値と測定値も 50 よく一致した。

—1162—

【0112】〈実施例10〉

<u>化合物 VII-12の合成</u>

実施例5に準じて合成した。

質量分析:m/e 535 (M+1) +

赤外吸収スペクトル:図16NMRスペクトル: 図17

示差走査熱量測定(DSC):融点391℃、ガラス転

移温度166℃

【0113】なお、元素分析における計算値と測定値も

よく一致した。

【0114】<実施例11>

化合物 VII-14の合成

実施例5に準じて合成した。

質量分析:m/e 647 (M+1) +

赤外吸収スペクトル:図18NMRスペクトル: 図19

示差走査熱量測定 (DSC): 融点414℃で昇華

【0115】なお、元素分析における計算値と測定値もよく一致した。

【0116】<実施例12>

化合物 VII-15の合成

実施例5に準じて合成した。

質量分析:m/e 659 (M+1) +

赤外吸収スペクトル:図20NMRスペクトル: 図21

示差走査熱量測定(DSC): 融点323℃、ガラス転

移温度165℃

よく一致した。

【0117】なお、元素分析における計算値と測定値も

【0118】<実施例13>

化合物 VII-16の合成

実施例5に準じて合成した。

質量分析:m/e 659 (M+1) +

赤外吸収スペクトル:図22NMRスペクトル: 図23

示差走査熱量測定 (DSC): 融点295℃、ガラス転

移温度141℃

【0119】なお、元素分析における計算値と測定値もよく一致した。

【0120】<実施例14>

<u>化合物 VII-24の合成</u>

実施例5に準じて合成した。

質量分析:m/e 618 (M⁺)

赤外吸収スペクトル:図24

NMRスペクトル: 図25

示差走査熱量測定(DSC): 融点273℃、ガラス転

移温度105℃

【0121】なお、元素分析における計算値と測定値もよく一致した。

【0122】<実施例15>

48

化合物 VII-25の合成

実施例5に準じて合成した。

質量分析:m/e 567 (M+1) +

赤外吸収スペクトル:図26

NMRスペクトル: 図27

【0123】なお、元素分析における計算値と測定値も

よく一致した。

【0124】<実施例16>

<u>化合物 VII-26の合成</u>

10 実施例5に準じて合成した。

質量分析:m/e 606 (M⁺)

赤外吸収スペクトル:図28

NMRスペクトル: 図29

示差走査熱量測定 (DSC): 融点453℃、ガラス転

移温度235℃

【0125】なお、元素分析における計算値と測定値も

よく一致した。

【0126】<実施例17>

化合物 I-20の合成

20 実施例1に準じて合成した。

質量分析:m/e 883 (M+1) +

赤外吸収スペクトル:図30

NMRスペクトル: 図31

示差走査熱量測定 (DSC): 融点342.6℃、ガラ

ス転移温度103℃

【0127】なお、元素分析における計算値と測定値も

よく一致した。

【0128】<実施例18>

化合物 VII-27の合成

30 実施例5に準じて合成した。

質量分析: m/e 896 (M⁺)

赤外吸収スペクトル:図32

NMRスペクトル: 図33

示差走査熱量測定 (DSC): 融点361.5℃、ガラ

ス転移温度164℃

【0129】なお、元素分析における計算値と測定値も

よく一致した。

【0130】〈実施例19〉

<u>化合物 VII-23の合成</u>

40 実施例5に準じて合成した。

赤外吸収スペクトル:図34NMRスペクトル: 図35

示差走査熱量測定 (DSC): 融点423℃、ガラス転

移温度190℃

【0131】なお、元素分析における計算値と測定値も

よく一致した。

【0132】<実施例20>

化合物 I-17の合成

実施例1に準じて合成した。

50 赤外吸収スペクトル:図36

NMRスペクトル: 図37

示差走査熱量測定(DSC):ガラス転移温度177℃ 【0133】なお、元素分析における計算値と測定値も よく一致した。

【0134】化6~化24に示される他の例示化合物も 実施例1~20に準じて合成した。これらの化合物は、 元素分析、赤外吸収スペクトル、NMRスペクトル、質 量分析等の結果から同定した。

【0135】<実施例21>厚さ100mのITO透明 電極(陽極)を有するガラス基板を、中性洗剤、アセト 10 ン、エタノールを用いて超音波洗浄し、煮沸エタノール 中から引き上げて乾燥し、蒸着装置の基板ホルダーに固 定して、1×10⁻⁶Torrまで減圧した。

【0136】次いで、N, N'ージフェニルーN, N' ーmートリルー4, 4'ージアミノー1, 1'ーピフェ 二ル (TPD-1) を蒸着速度 0. 2 nm/sec で 5 0 nmの 厚さに蒸着し、正孔注入輸送層とした。

【0137】次いで、実施例1の化合物 I-1を蒸着速 度 0. 2 nm/sec で 5 0 nmの厚さに蒸着し、発光層とし た。

【0138】次いで、減圧状態を保ったまま、電子注入 翰送層として、トリス(8-キノリノラト)アルミニウ ムを蒸着速度 0. 2 nm/sec で 1 0 nm の 厚さに蒸着した。

【0139】さらに、減圧状態を保ったまま、MgAg (重量比10:1) を蒸着速度0. 2nm/secで200nm の厚さに蒸着して陰極とし、有機EL素子を得た。

【0140】この有機EL素子に電圧を印加して電流を 流したところ、15V、217mA/cm²で4500cd/m² の青色(発光極大波長入max = 485mm)の発光が確認 定していた。部分的非発光部の出現および成長は全くな かった。輝度の半減期は10mA/cm²の定電流駆動で10 0時間であった。

【0141】<実施例22>厚さ100mのITO透明 電極(陽極)を有するガラス基板を、中性洗剤、アセト ン、エタノールを用いて超音波洗浄し、煮沸エタノール 中から引き上げて乾燥し、蒸着装置の基板ホルダーに固 定して、1×10⁻⁶ Torrまで減圧した。

【0142】次いで、ポリ(チオフェンー2,5ージイ ル)を10㎜の厚さに蒸着し、正孔注入層とした。

【0143】次いで、N, N'ージフェニルーN, N' -m-トリル-4, 4'-ジアミノ-1, 1'-ピフェ ニル (TPD-1) を蒸着速度 0. 2 mm/sec で 5 0 mmの 厚さに蒸着し、正孔輸送層とした。

【0144】次いで、実施例1の化合物I-1を50㎜ の厚さに蒸着し、発光層とした。

【0145】次いで、減圧状態を保ったまま、電子注入 翰送層として、トリス(8-キノリノラト)アルミニウ ムを蒸着速度 0. 2 m/sec で 1 0 mの厚さに蒸着した。

【0146】さらに、減圧状態を保ったまま、MgAg 50 流駆動で1500時間であった。

50

(重量比10:1) を蒸着速度0. 2 mm/secで200 mm の厚さに蒸着して陰極とし、有機EL素子を得た。

【0147】この有機EL素子に電圧を印加して電流を 流したところ、12V、625mA/cm²で1000cd/m ² の背色(発光極大波長λmax =485nm)の発光が確 認され、この発光は乾燥窒素雰囲気中で1000時間以 上安定していた。部分的非発光部の出現および成長は全 くなかった。輝度の半減期は10mA/cm2の定電流駆動で 400時間であった。

【0148】 < 実施例23> 実施例22において、電子 注入輸送層を設けないほかは同様にして有機EL素子を 得た。

【0149】この有機EL素子に電圧を印加して電流を 流したところ、12V、825mA/cm²で2260cd/m² の青色 (発光極大波長 A max = 485 nm) の発光が確認 され、この発光は乾燥窒素雰囲気中で500時間以上安 定していた。部分的非発光部の出現および成長は全くな かった。輝度の半減期は10mA/cm2の定電流駆動で10 0時間であった。

20 【0150】〈実施例24〉実施例22と同様に素子を 作製した。ただし、ホール輸送材料TPD-1の代わり に、N, N, N', N'-テトラキス (3-ピフェニ ル) - 4, 4'-ジアミノ-1, 1'-ピフェニル (T PD-2)を用いた。

【0151】この有機EL素子に電圧を印加して電流を 流したところ、12V、675mA/cm²で5500cd/m² の青色 (発光極大波長 A max = 485 mm) の発光が確認 され、この発光は乾燥窒素雰囲気中で1000時間以上 安定していた。部分的非発光部の出現および成長は全く され、この発光は乾燥窒素雰囲気中で500時間以上安 30 なかった。輝度の半減期は10mA/cm2の定電流駆動で6 00時間であった。

> 【0152】〈実施例25〉実施例24と同様に正孔翰 送層を形成した後、次いで発光層として、TPD-2と 実施例1の化合物 I-1とを1:1の比率(重量比)で 蒸着速度 0. 2 nm/secで 2 0 nmの厚さに、共蒸着した。

> 【0153】次いで、減圧状態を保ったまま、電子輸送 層として、化合物 I-1を50mの厚さに蒸着した。

【0154】次いで、減圧状態を保ったまま、電子注入 層として、トリス(8-キノリノナト)アルミニウムを 40 蒸着速度 0. 2 mm/sec で 1 0 mm の厚さに蒸着した。

【0155】さらに、減圧状態を保ったまま、MgAg (重量比10:1) を蒸着速度0.2nm/secで200nm の厚さに蒸着して陰極とし、有機EL素子を得た。

【0156】この素子に電圧を印加して電流を流したと ころ、12V、540mA/cm²で12000cd/m² の育色 (発光極大波長入max = 480 nm) の発光が確認され た。この発光は乾燥窒素雰囲気中で5000時間以上安 定していた。部分的非発光部の出現、成長および電流リ ークは全くなかった。輝度の半減期は10mA/cm2の定電

【0157】〈実施例26〉厚さ100㎜のIT〇透明 電極(陽極)を有するガラス基板を、中性洗剤、アセト ン、エタノールを用いて超音波洗浄し、煮沸エタノール 中から引き上げて乾燥し、蒸着装置の基板ホルダーに固 定して、1×10⁻⁶ Torrまで減圧した。

【0158】次いで、ポリ(チオフェンー2,5-ジイ ル)を10㎜の厚さに蒸着し、正孔注入層とした。

【0159】次いで、N, N'ージフェニルーN, N' -m-トリルー4, 4'-ジアミノー1, 1'-ピフェ ニル(TPD-1)を蒸着速度 0.2m/sec 0.2m 0.2m厚さに蒸着し、正孔輸送層とした。

【0160】次いで、実施例2の化合物II-1を50nm の厚さに蒸着し、発光層とした。

【0161】次いで、減圧状態を保ったまま、電子注入 輸送層として、トリス(8-キノリノラト)アルミニウ ムを蒸着速度 0. 2 mm/sec で 1 0 mmの厚さに蒸着した。

【0162】さらに、減圧状態を保ったまま、MgAg (重量比10:1) を蒸着速度0. 2nm/secで200nm の厚さに蒸着して陰極とし、有機EL素子を得た。

流したところ、12V、625mA/cm2で12000cd/m ² の青緑色(発光極大波長入max = 495 nm)の発光が 確認され、この発光は乾燥窒素雰囲気中で1000時間 以上安定していた。部分的非発光部の出現および成長は 全くなかった。輝度の半減期は10mA/cm2の定電流駆動 で100時間であった。

【0164】〈実施例27〉実施例21において、化合 物 I-1のかわりに実施例 5の化合物VII-2を用いて 有機EL素子を得た。

【0165】この素子に電圧を印加して電流を流したと 30 て、上記実施例と同様の結果が得られた。 ころ、14V、450mA/cm²で1921cdm⁻² の青色発 光 (発光極大波長 \ nax = 460 nm) の発光が確認さ れ、この発光は乾燥窒素雰囲気中で1000時間以上安 定していた。部分的非発光部の出現および成長は全くな かった。輝度の半減期は10mA/cm²の定電流駆動で30 0時間であった。

【0166】<実施例28>実施例22において、発光 層を形成した後、トリス(8-キノリナト)アルミニウ ムを蒸着速度 0. 2 nm/sec で 2 0 nmの厚さに蒸着し、電 を10nmの厚さに蒸着し、電子注入層とした。その後、 実施例22と同様にして有機EL素子を得た。

【0167】この有機EL素子に実施例22と同様の条 件で電圧を印加したところ、12V、625mA/cm²で1 0000cd/m² の背色 (発光極大波長 A max = 485n の発光が確認され、この発光は乾燥窒素雰囲気中で 1000時間以上安定していた。部分的非発光部の出現 および成長は全くなかった。輝度の半減期は10mA/cm² の定電流駆動で80時間であった。

【0168】〈実施例29〉厚さ100mのITO透明 50 の厚さに蒸着して陰極とし、EL素子を得た。

電極(陽極)を有するガラス基板を、中性洗剤、アセト ン、エタノールを用いて超音波洗浄し、煮沸エタノール 中から引き上げて乾燥し、蒸着装置の基板ホルダーに固 定して、1×10でTorrまで減圧した。

52

【0169】次いで、ポリ(チオフェン-2,5-ジイ ル)を10mの厚さに蒸着し、正孔注入層とした。

【0170】次いで、N,N'-ジフェニル-N,N' ーmートリルー4, 4'ージアミノー1, 1'ーピフェ ニル (TPD-1) を蒸着速度 0. 2 nm/sec で 5 0 nmの

【0171】次いで、テトラフェニルシクロペンタジエ ンを50mの厚さに蒸着し、発光層とした。

【0172】次いで、減圧状態を保ったまま、電子注入 輸送層として、実施例1の化合物 I-1を蒸着速度0. 2 nm/secで10 nmの厚さに蒸着した。

【0173】さらに、減圧状態を保ったまま、MgAg (重量比10:1) を蒸着速度0. 2nm/secで200nm の厚さに蒸着して陰極とし、有機EL素子を得た。

【0174】この有機EL素子に電圧を印加して電流を 【0163】この有機EL素子に電圧を印加して電流を 20 流したところ、12V、100mA/cm²で800cd/m² の 青色 (発光極大波長入max = 460 nm) の発光が確認さ れ、この発光は乾燥窒素雰囲気中で100時間以上安定 していた。部分的非発光部の出現および成長は全くなか った。輝度の半減期は10mA/cm2の定電流駆動で10時 間であった。

> 【0175】実施例21~29において、化6~化24 に掲げた本発明の化合物の1種または2種以上を適宜選 択して、上記実施例以外の組合せで、発光層や電子注入 輸送層に用いたところ、有機EL素子の層構成等に応じ

> 【0176】 <比較例1>厚さ100mのITO透明電 極(陽極)を有するガラス基板を、中性洗剤、アセト ン、エタノールを用いて超音波洗浄し、煮沸エタノール 中から引き上げて乾燥し、蒸着装置の基板ホルダーに固 定して、1×10⁻⁶ Torrまで減圧した。

> 【0177】次いで、N. N' ピス(m-メチルフェニ ル) -N, N'-ジフェニル-1, 1'-ピフェニルー 4, 4'-ジアミン (TPD-1) を50mの厚さに蒸 着し、正孔注入輸送層とした。

子翰送層とした。次いで、テトラプチルジフェノキノン *40* 【0178】次いで、減圧状態を保ったまま、1,3-ピス (5-(4-t-プチルフェニル)-1,3,4-オキサジアゾー2-イル) ベンゼン (OXD-7) を蒸 着速度 0. 2 nm/secで 5 0 nmの厚さに蒸着して、発光層 とした。

> 【0179】次いで、減圧状態を保ったまま、電子注入 輸送層としてトリス (8-キノリノナト) アルミニウム を蒸着速度 0. 2 nm/sec で 1 0 nm の 厚さに蒸着した。

> 【0180】さらに、減圧状態を保ったまま、MgAg (重量比10:1) を蒸着速度0. 2nm/secで200mm

【0181】このEL素子に電圧を印加して電流を流し たところ、14V、127mA/cm²で550cd/m² の背色 (発光極大波長入max = 480mm) の発光が確認され、 この発光は乾燥窒素雰囲気中で10時間にて、部分的非 発光部の出現および成長がみられ、20時間にて絶縁破 壊を起こした。輝度の半減期は10mA/cm²の定電流駆動 で20分であった。

【0182】<比較例2>C.Adachi et al., Appli. Ph ys. Lett., <u>56</u>, 799 (1990) に記載の 9, 10 ージフェニ ルアントラセンを発光層に用いて、この文献と同構成の 10 有機EL素子を組み立てた。すなわち、比較例1におい て、電子注入輸送層を設けることなく、9,10-ジフ ェニルアントラセンを同様に50mの厚さに蒸着して、 電子注入輸送層を兼ねる発光層とした。

【0183】このEL素子は、有機化合物層が結晶化し ており、電気的にショートした状態で、電圧を印加した ところ青色の発光はみられたものの絶縁破壊した。

[0184]

【発明の効果】本発明のフェニルアントラセン誘導体 は、結晶性が低く、アモルファス状態の良好な膜を形成 20 することができるので、有機EL素子用化合物、特に青 色発光材料や電子注入輸送材料として用いることができ る。実際、本発明のフェニルアントラセン誘導体を用い た本発明の有機EL素子は電流リークがなく、非発光部 分(ダークスポット)の発生・成長がなく、膜中の結晶 化が抑制されるので連続発光の信頼性の高い素子とな る。特に発光層に用いた場合1万cd/m²以上の高輝度の **青色発光が可能となる。**

【図面の簡単な説明】

る。

【図 2】本発明の化合物の赤外吸収スペクトルを示すグ ラフである。

【図3】本発明の化合物のNMRスペクトルを示すグラ フである。

【図4】本発明の化合物の赤外吸収スペクトルを示すグ ラフである。

【図5】本発明の化合物のNMRスペクトルを示すグラ フである。

【図6】本発明の化合物の赤外吸収スペクトルを示すグ 40 ラフである。

【図7】本発明の化合物のNMRスペクトルを示すグラ フである。

【図8】本発明の化合物の赤外吸収スペクトルを示すグ ラフである。

【図9】本発明の化合物のNMRスペクトルを示すグラ フである。

【図10】本発明の化合物の赤外吸収スペクトルを示す グラフである。

【図11】本発明の化合物のNMRスペクトルを示すグ 50 【図36】本発明の化合物の赤外吸収スペクトルを示す

ラフである。

【図12】本発明の化合物の赤外吸収スペクトルを示す グラフである。

54

【図13】本発明の化合物のNMRスペクトルを示すグ ラフである。

【図14】本発明の化合物の赤外吸収スペクトルを示す グラフである。

【図15】本発明の化合物のNMRスペクトルを示すグ ラフである。

【図16】本発明の化合物の赤外吸収スペクトルを示す グラフである。

【図17】本発明の化合物のNMRスペクトルを示すグ ラフである。

【図18】本発明の化合物の赤外吸収スペクトルを示す グラフである。

【図19】本発明の化合物のNMRスペクトルを示すグ ラフである。

【図20】本発明の化合物の赤外吸収スペクトルを示す グラフである。

【図21】本発明の化合物のNMRスペクトルを示すグ ラフである。

【図22】本発明の化合物の赤外吸収スペクトルを示す グラフである。

【図23】本発明の化合物のNMRスペクトルを示すグ ラフである。

【図24】本発明の化合物の赤外吸収スペクトルを示す グラフである。

【図25】本発明の化合物のNMRスペクトルを示すグ ラフである。

【図1】本発明のEL素子の構成例を示す側面図であ 30 【図26】本発明の化合物の赤外吸収スペクトルを示す グラフである。

> 【図27】本発明の化合物のNMRスペクトルを示すグ ラフである。

> 【図28】本発明の化合物の赤外吸収スペクトルを示す グラフである。

> 【図29】本発明の化合物のNMRスペクトルを示すグ ラフである。

> 【図30】本発明の化合物の赤外吸収スペクトルを示す グラフである。

【図31】本発明の化合物のNMRスペクトルを示すグ ラフである。

【図32】本発明の化合物の赤外吸収スペクトルを示す グラフである。

【図33】本発明の化合物のNMRスペクトルを示すグ ラフである。

【図34】本発明の化合物の赤外吸収スペクトルを示す グラフである。

【図35】本発明の化合物のNMRスペクトルを示すグ ラフである。

55

グラフである。

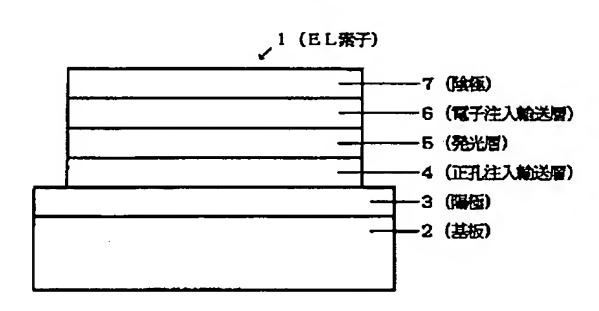
【図37】本発明の化合物のNMRスペクトルを示すグラフである。

【符号の説明】

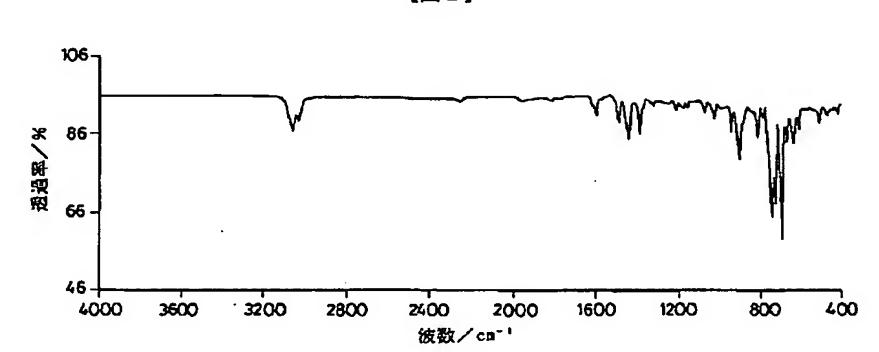
- 1 有機EL素子
- 2 基板

- 3 陽極
- 4 正孔注入輸送層
- 5 発光層
- 6 電子注入輸送層
- 7 陰極

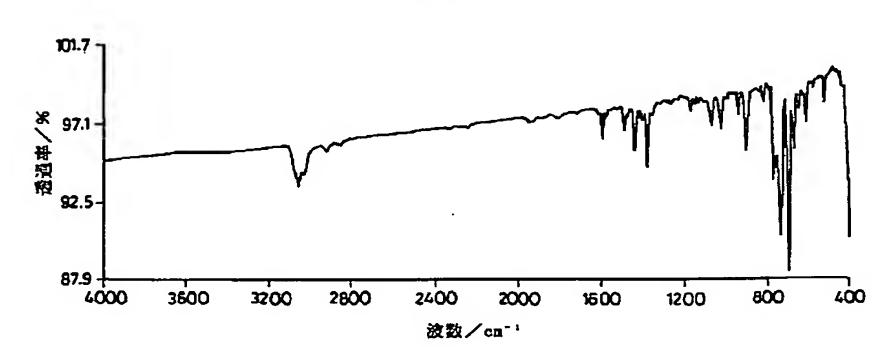
[図1]



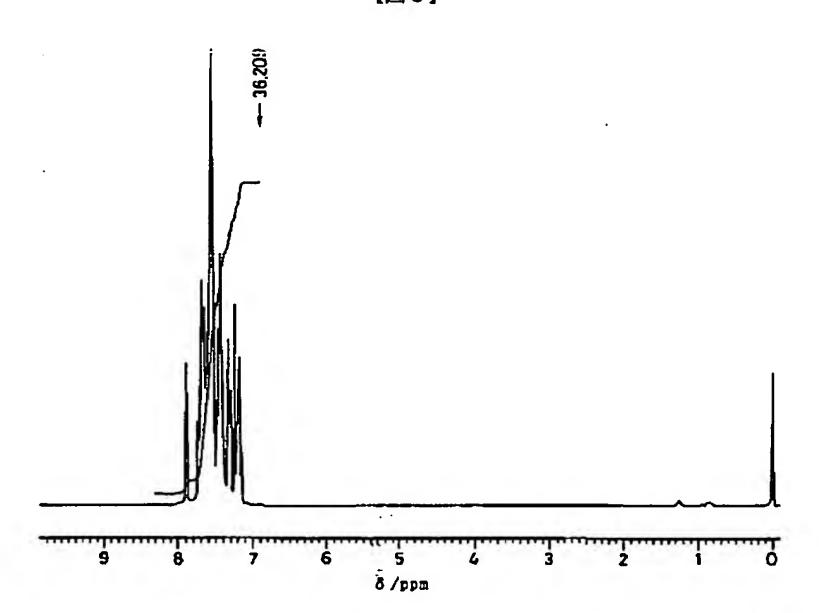
【図2】



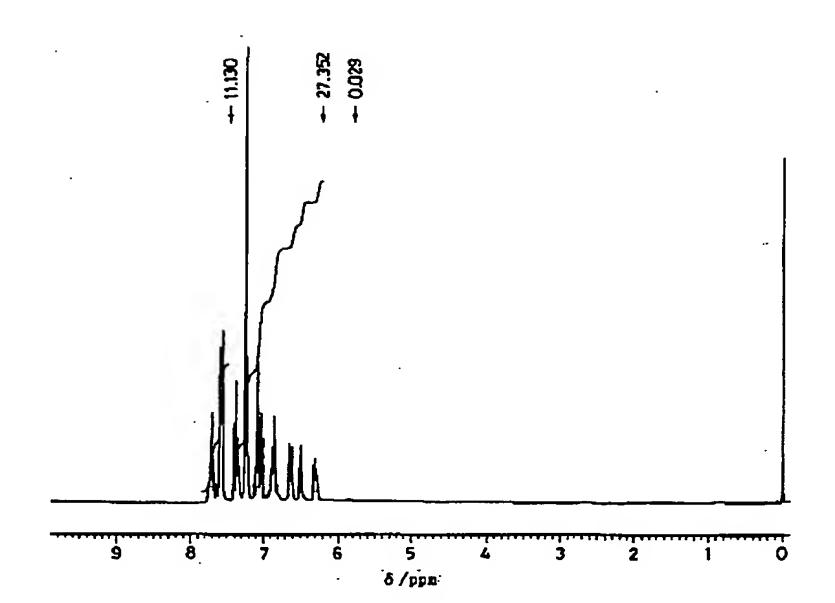
[図4]

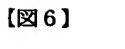


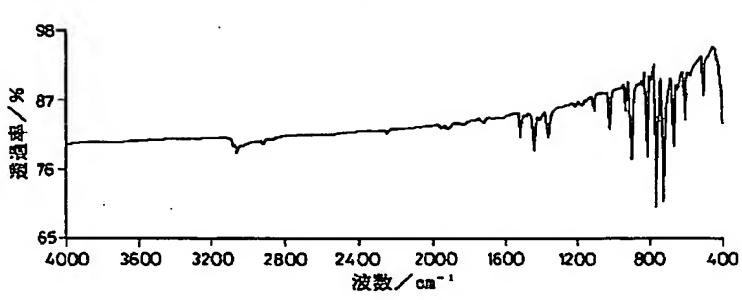
[図3]



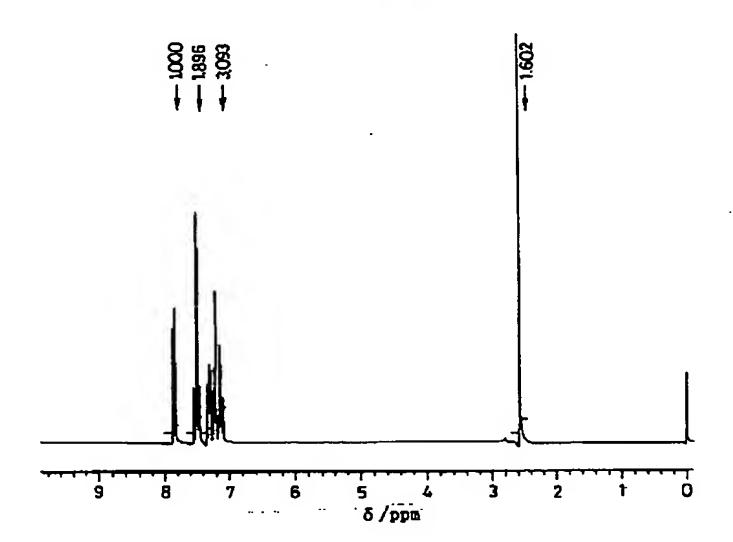
【図5】



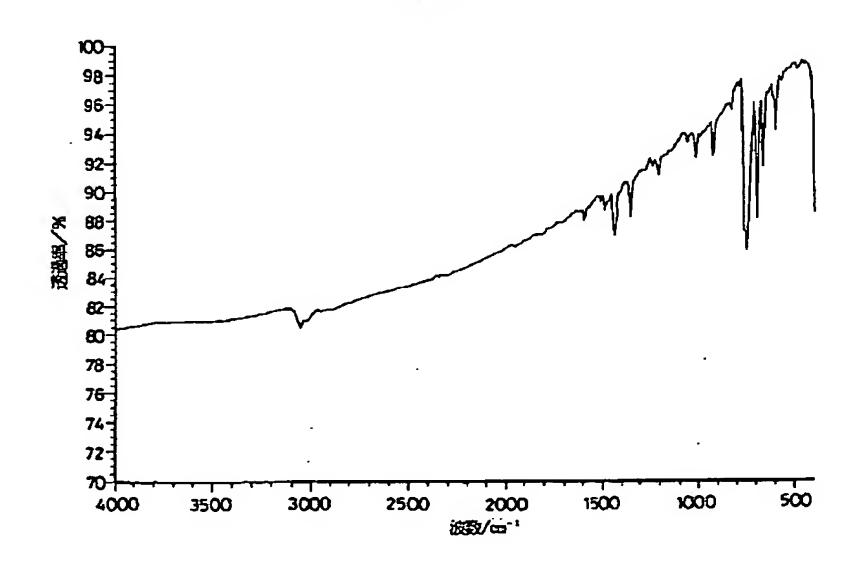




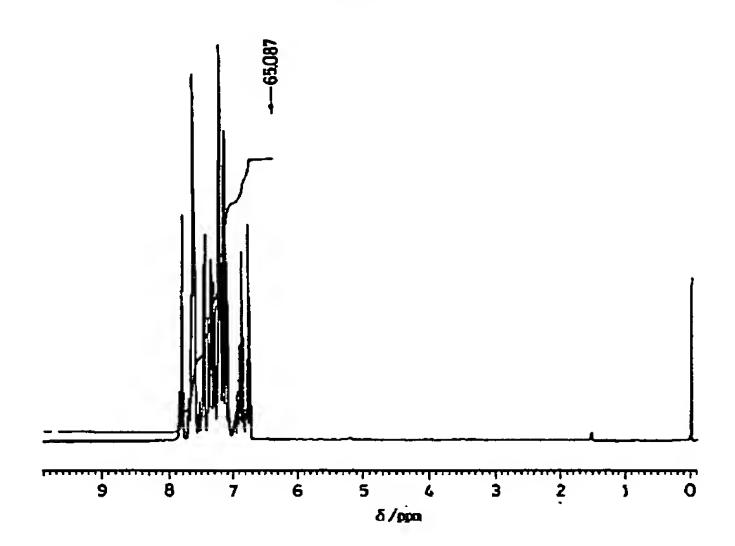
【図7】



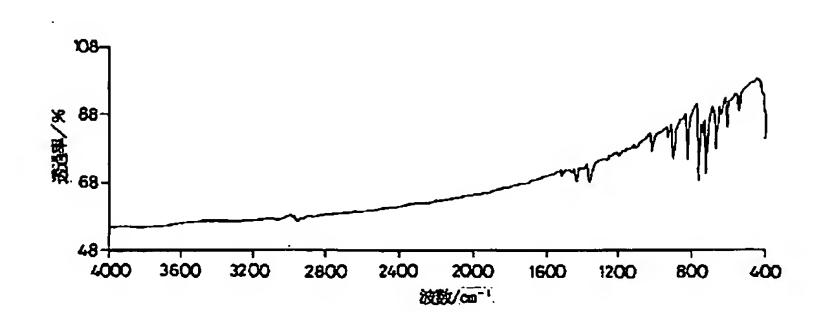
【図8】



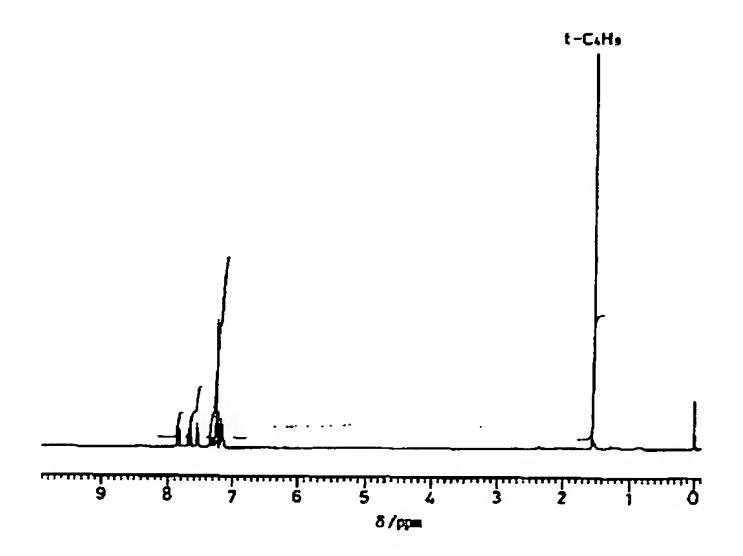
[図9]



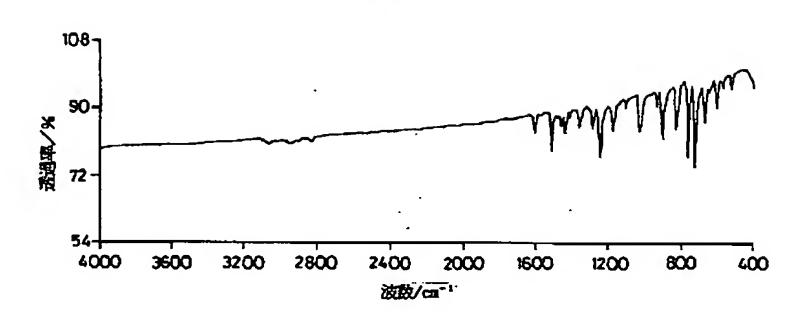
[図10]



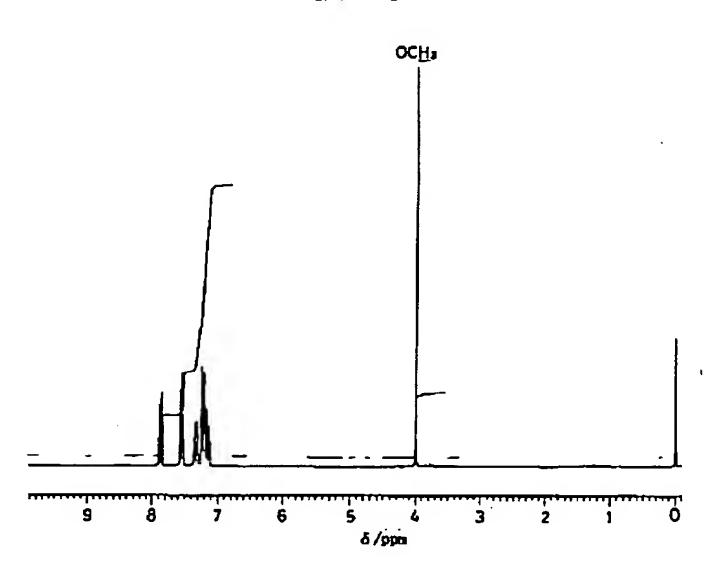
[図11]



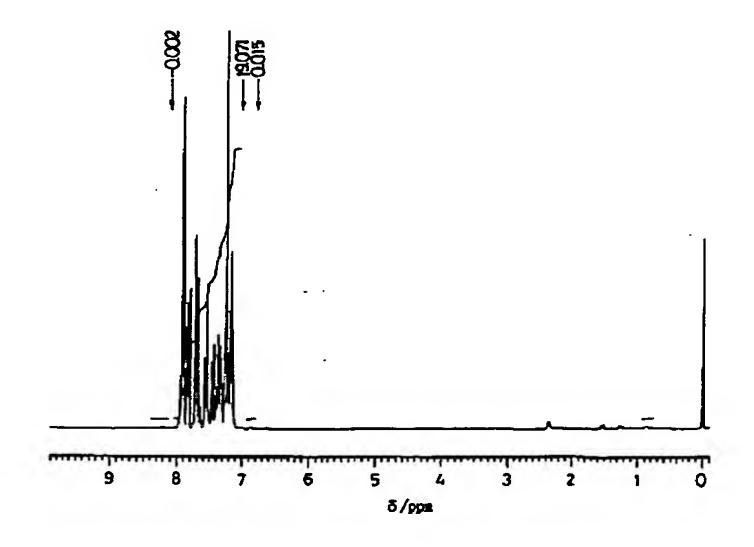
【図12】



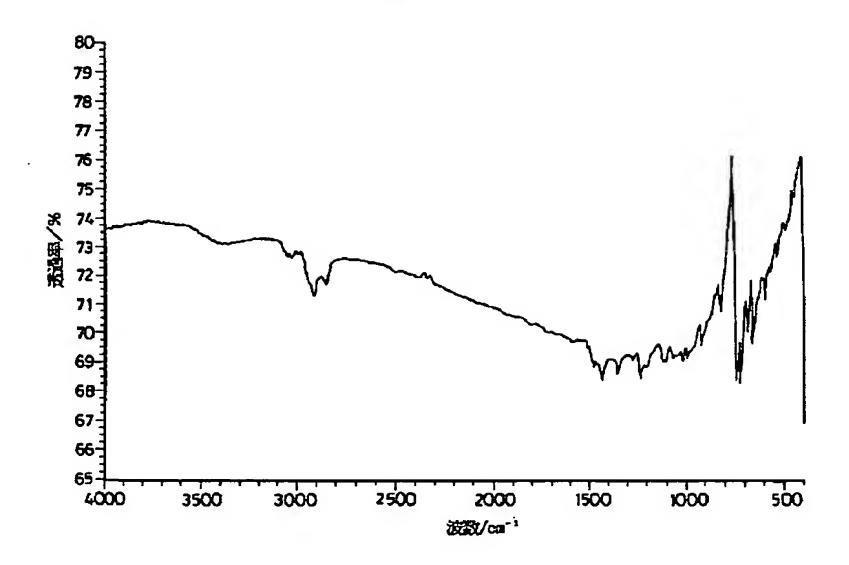
【図13】



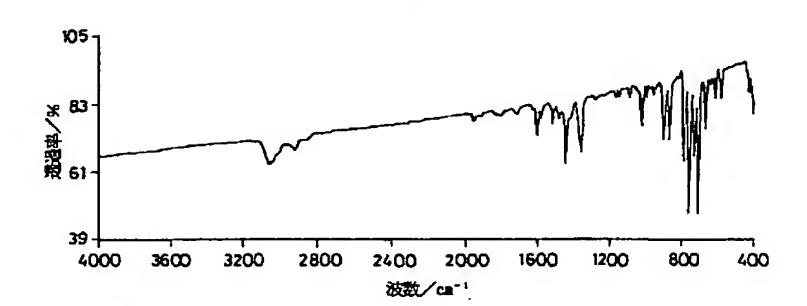
[図15]



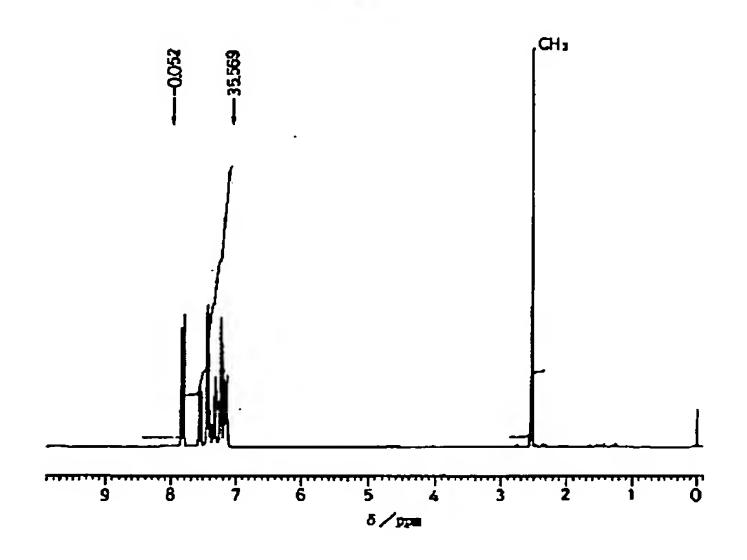
[図14]



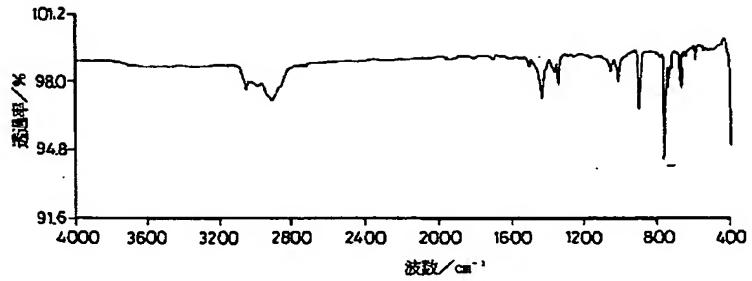
[図16]



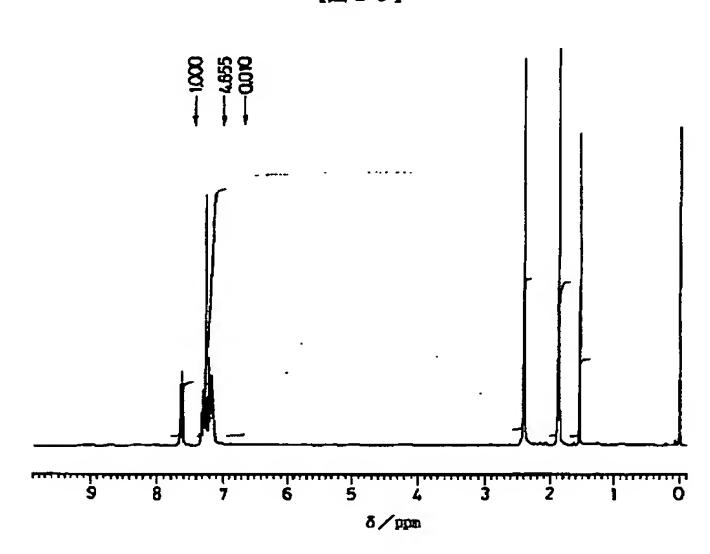
【図17】



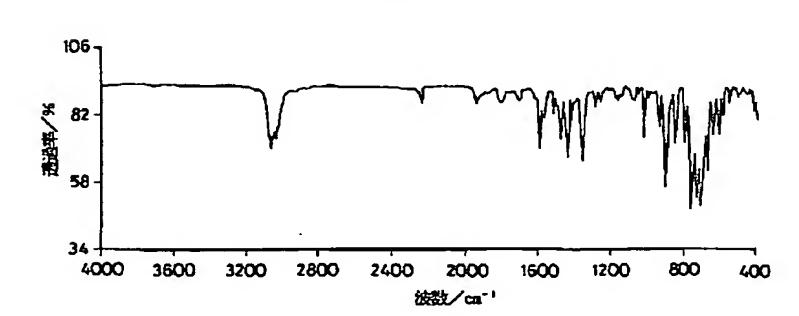




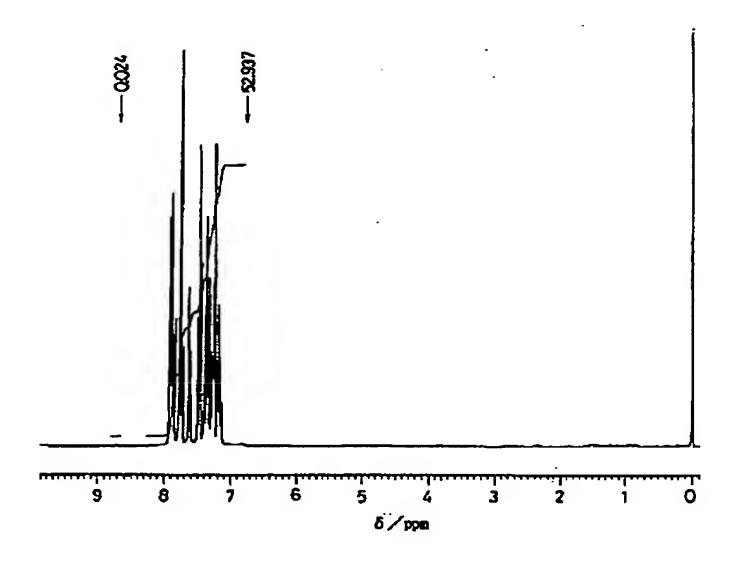
[図19]



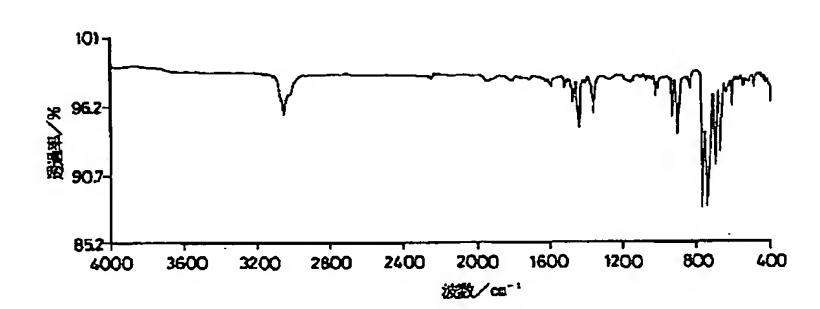
[図20]



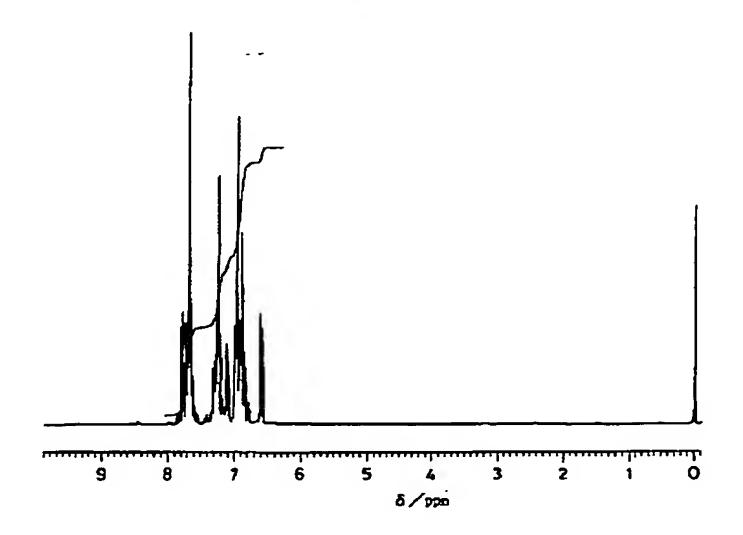
[図21]



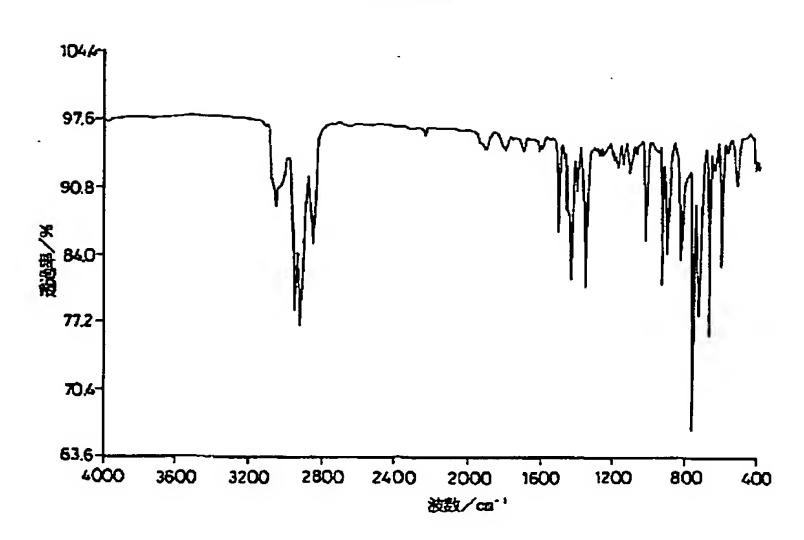
[図22]



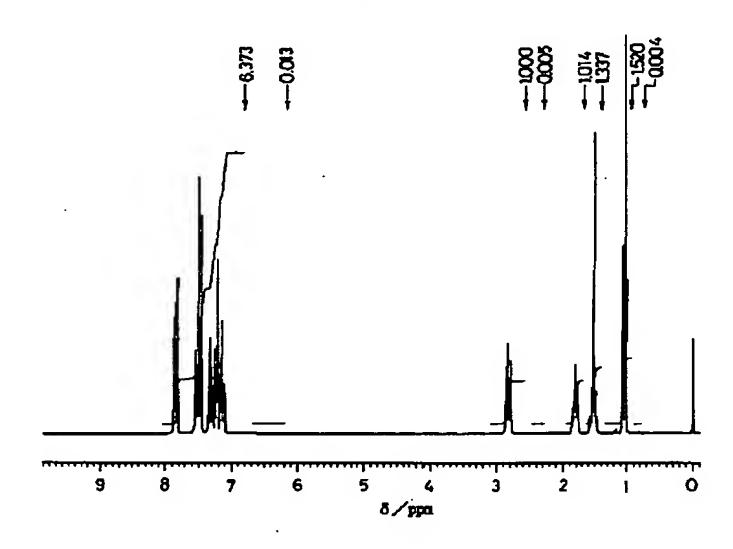
[図23]



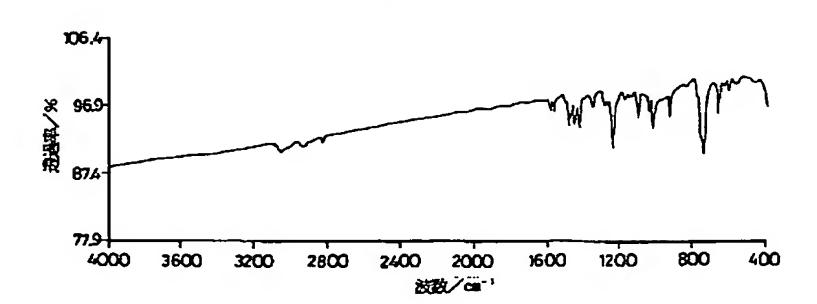
[図24]

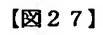


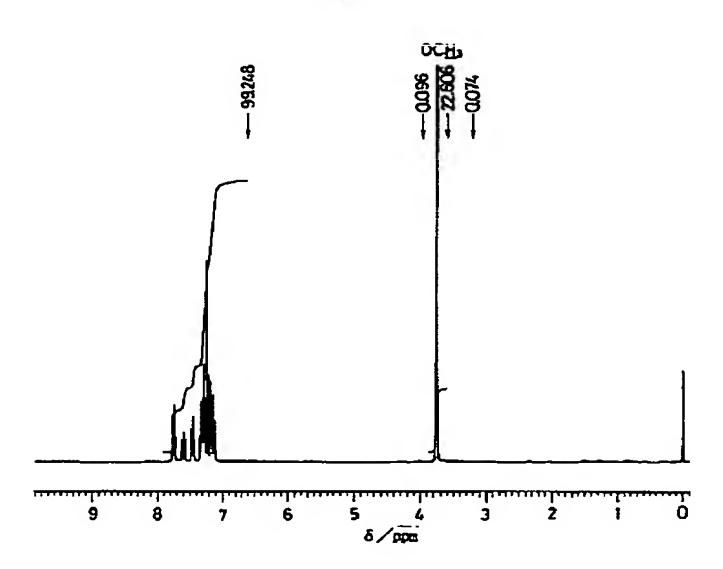
【図25】



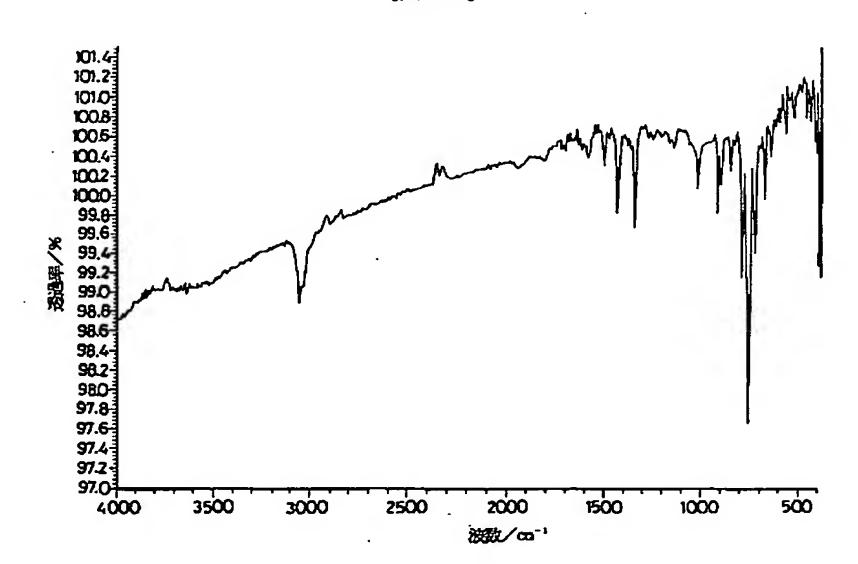
[図26]



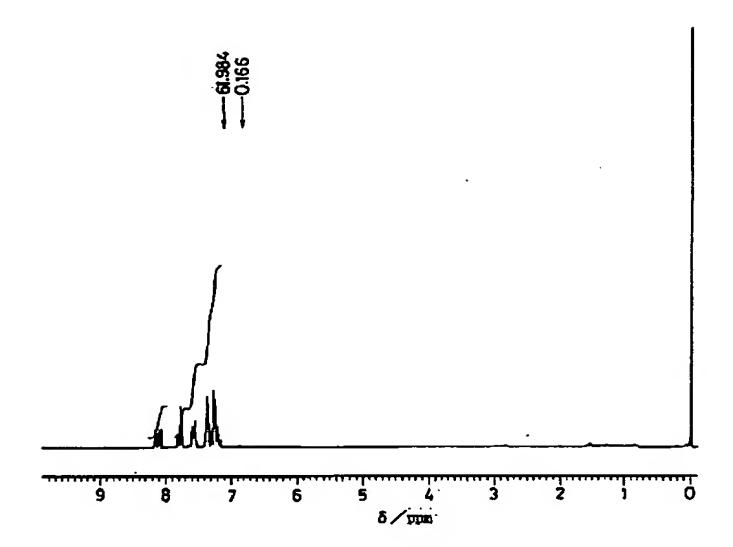




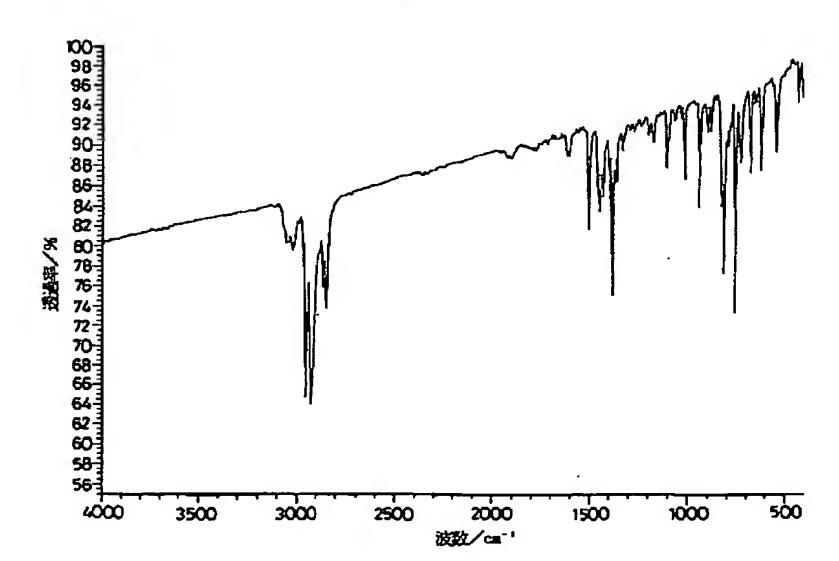
[図28]



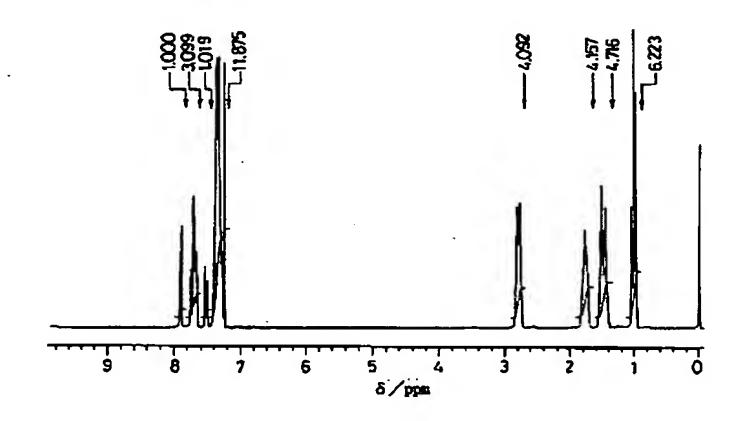
[図29]



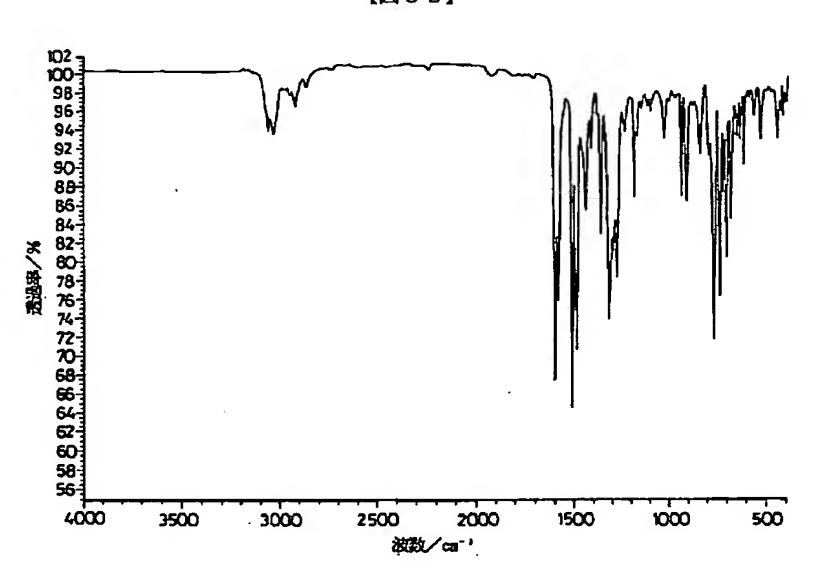
[図30]



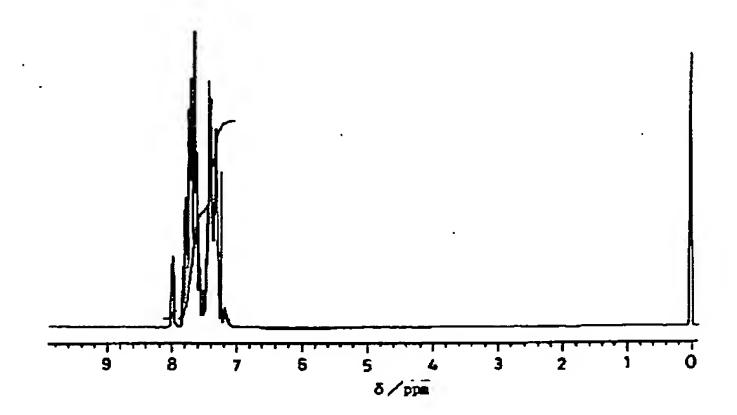
【図31】

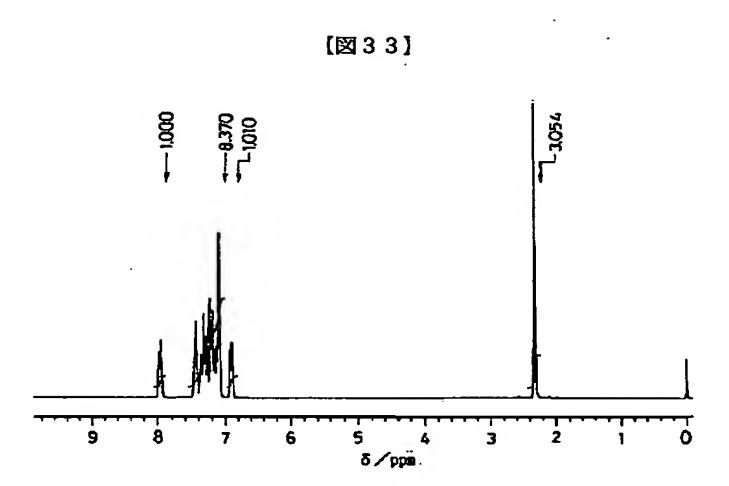


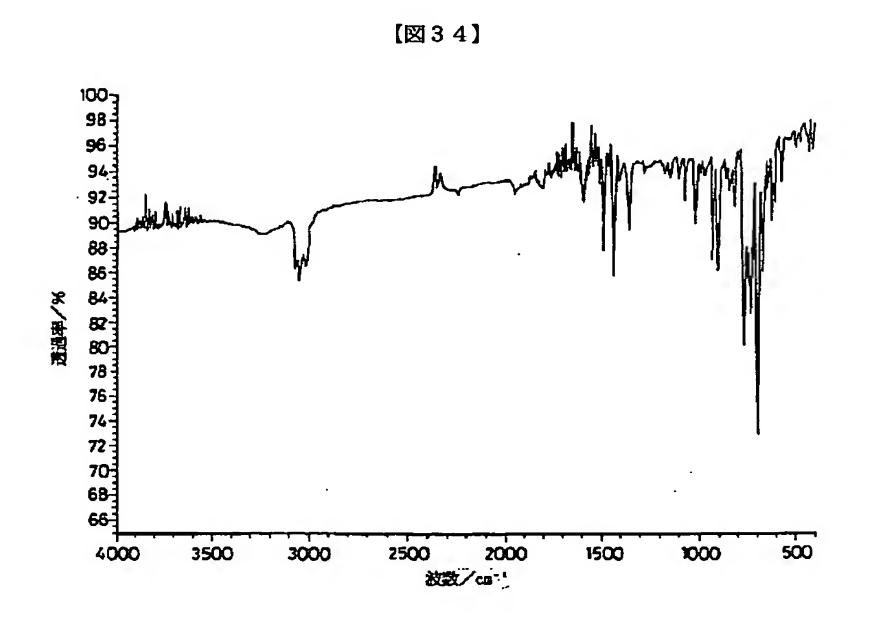
[図32]



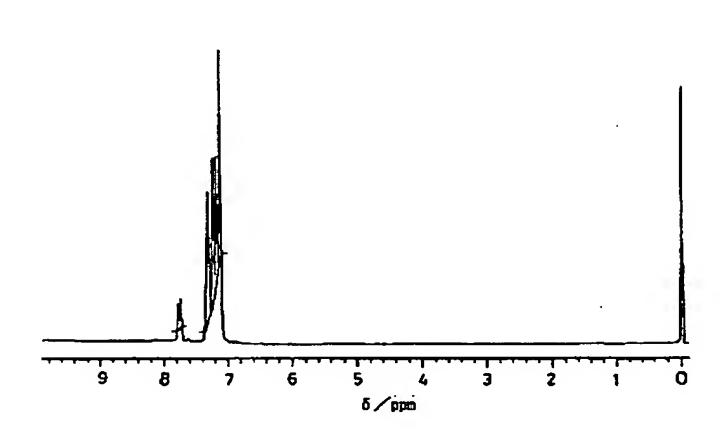
[図37]



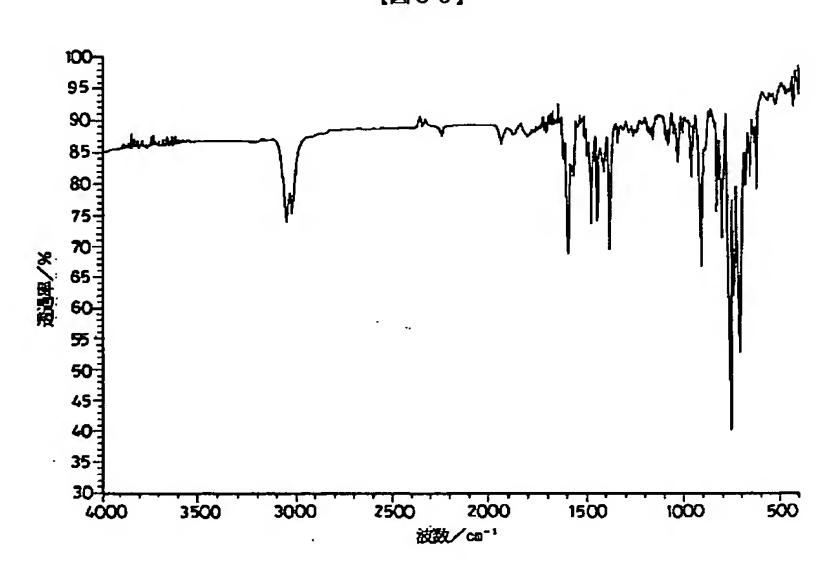




[図35]



【図36】



フロントページの続き

(51) Int. Cl. 6	識別記号	庁内整理番号	FI	技術表示箇所
C 0 7 C 211/54				
211/61				
217/78		7457-4H		
217/94		7457-4H		
321/30		7419-4H		
C 0 7 D 271/10				
333/08				
C 0 9 K 11/06	Z	9280-4H		